ORSAY
n° d'ordre : 3291

UNIVERSITE DE PARIS-SUD

CENTRE D'ORSAY

THESE

présentée

Pour obtenir

Le titre de DOCTEUR 3ème Cycle
en chimie Physique.

PAR

Mr. MOSBAH. Smaïne

SUJET : Appareil automatique de mesure des grandeurs PVT dans les liquides et solides jusqu'à 400 MPa ; Etude du $(CFCl_2)_2$.

soutenue le 30 Septembre 1982 devant la Commission d'examen

MM. M. GHELFENSTEIN Président
J. GROSMANGIN
G. GUIOCHON
G. MAUCLAIRE Rapporteur

ORSAY
n° d'ordre : 3291

UNIVERSITE DE PARIS-SUD

CENTRE D'ORSAY

THESE

présentée

Pour obtenir

Le titre de DOCTEUR 3ème Cycle
en chimie Physique.

PAR

Mr. MOSBAH. Smaïne

SUJET : Appareil automatique de mesure des grandeurs PVT dans les liquides et solides jusqu'à 400 MPa ; Etude du $(CFCl_2)_2$.

soutenue le 30 Septembre 1982 devant la Commission d'examen

MM. M. GHELFENSTEIN Président
J. GROSMANGIN
G. GUIOCHON
G. MAUCLAIRE Rapporteur

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Je remercie Madame R. Marx, professeur et directeur du L.A. 75 pour l'accueil qu'elle m'a réservé dans ce laboratoire.

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Chimie Physique des Matériaux Amorphes à Orsay, sous la direction du professeur M. Ghelfenstein.

Je tiens à exprimer ma profonde et sincère gratitude à Messieurs M. Ghelfenstein, professeur et H. Szwarc, maître de Recherches au CNRS, pour l'attention constante et les précieux conseils qu'ils m'ont prodigués tout au long de cette étude.

Que Monsieur G. Mauclaire, maître de Recherches au CNRS trouve ici l'expression de ma gratitude pour l'aide qu'il m'a apportée et les remarques qu'il a bien voulu faire sur ce travail.

Je suis très reconnaissant envers Monsieur le Directeur Scientifique Grosmangin et Monsieur le professeur Guiochon inspirateur de ce travail d'avoir bien voulu participer au jury de ma thèse.

Que tous mes camarades de travail soient remerciés pour l'aide amicale qu'ils m'ont apportée.

Que soient remerciés ici Messieurs Behar, Gravier, Lazarre, Peneloux, membres de la section "Thermodynamique" de la D.G.R.S.T. pour le soutien et les encouragements qu'ils m'ont prodigués.

Que soient remerciés ici Messieurs J.R. Bazouin C. Beck, J. Jaffrey, R. Heren pour leur aide technique précieuse.

Enfin, je remercie la Déléguation Générale à la Recherche Scientifique et Technique pour m'avoir permis de mener à bien ce travail ainsi que le Ministère de l'Enseignement Supérieur Algérien pour son soutien financier.

A ma mère, إلى أمّي

A mon père, إلى أبي

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41547326_0019

TABLE

PREAMBULE

INTRODUCTION..... 1

PREMIERE PARTIE : mesure des grandeurs thermodynamiques PVT du $(CFcl_2)_2$ jusqu'à 200 MPa..... 4

Plan de la première partie..... 5

I. METHODE VOLUMETRIQUE..... 6

1. GENERALITES..... 6
2. PRINCIPE DE MESURE..... 6
3. APPAREILLAGE..... 7
   A. Confinement de l'échantillon..... 7
   B. Enceinte haute pression..... 8
   C. Enceinte de température..... 8
   D. Mesure du déplacement..... 9
   E. Mesure de la température..... 10
   F. Mesure de la pression..... 10
4. ETALONNAGE..... 10

II. RESULTATS..... 13

1. A QUOI SERVENT LES MESURES VOLUMETRIQUES ?..... 13
2. ETUDE DU COMPOSE : LE 1-2 DIFLUORO-TETRACHLORO-ETHANE $(CFcl_2)_2$..... 13
3. MODE OPERATOIRE..... 14
4. RESULTATS EXPERIMENTAUX..... 14
   A. Isothermes..... 14
   B. Equations des isothermes..... 15
   C. Précision des mesures..... 17
   D. Courbe de fusion..... 17
   E. Détermination des isochores..... 19
   F. Discussion..... 21
5. REMARQUES..... 24

DEUXIEME PARTIE : automatisation de l'expérience..... 26

I. POSITION DU PROBLEME..... 27

1. DISPOSITIF MANUEL DE MESURES VOLUMETRIQUES..... 27
2. LA MACHINE REMPLACE L'HOMME..... 28
3. PLAN DE LA SECONDE PARTIE..... 29

II. LE SYSTEME INFORMATIQUE..... 31

1. LE MICRO-ORDINATEUR : DEFINITION..... 31
2. STRUCTURE D'UN MICRO-ORDINATEUR..... 31
   A. Unité centrale..... 32
   B. Mémoires..... 32
   C. Circuits d'entrées-sorties..... 33
      a) PIA..... 33
      b) VIA..... 35
3. PERIPHERIQUES DU MICRO-ORDINATEUR..... 35
4. CONFIGURATION INFORMATIQUE..... 36
   A. Normes d'interfaces..... 37
      a) Interfaces spécialisées..... 37
      b) Interfaces type bus..... 38

III. CHOIX DE LA CONFIGURATION INFORMATIQUE..... 40

1. QUELS SONT NOS BESOINS ?..... 40
2. LE SYSTEME RETENU..... 41
3. ETUDE DU BUS IEEE 488..... 42
   A. Norme..... 42
   B. Structure du bus IEEE 488..... 43
      a) Mode d'adressage..... 44
      b) Transfert d'informations..... 44
      c) Synchronisation des échanges..... 45
      d) Lignes de contrôle..... 46
4. PERIPHERIQUES INTELLIGENTS..... 47

IV. L'APPAREIL AUTOMATIQUE POUR LA MESURE DES GRANDEURS PVT 49

1. INTRODUCTION..... 49
2. CIRCUIT HAUTE PRESSION..... 49
   A. Système générateur de pression..... 50
   B. Réalisation d'interfaces..... 52

a) Interface du moteur..... 52
b) Interface de l'électrovanne..... 53
C. Commande du circuit haute pression..... 54
3. SYSTEME DE MESURE DES DEPLACEMENTS..... 56
A. Définition de la mesure..... 56
B. Unité de commande des déplacements..... 57
a) Commande d'un déplacement..... 58
b) Lecture du déplacement..... 58
4. ACQUISITION DES DONNEES PVT..... 58
A. Introduction..... 58
B. Système d'acquisition des données..... 62
5. PERFORMANCES ACTUELLES DE L'APPAREIL..... 63
6. APPLICATIONS FUTURES DE L'APPAREIL..... 64

V. RESUME ET CONCLUSIONS..... 66

ANNEXES..... 70

LEXIQUE

BIBLIOGRAPHIE

PREAMBULE

Ce travail s'insère dans le cadre de "l'action concertée" récupération assistée du pétrole de la D.G.R.S.T.

L'objectif de ce projet est le perfectionnement et l'automatisation d'un appareil de mesure des équations d'état des liquides et solides, construit au laboratoire lors d'un précédent contrat D.G.R.S.T. L'automatisation d'un tel appareil est justifiée par le grand nombre de points expérimentaux de haute précision nécessaire, afin d'établir une équation d'état de bonne qualité dans un large domaine de température, pression et densité.

En effet, un certain accès aux potentiels d'interactions intermoléculaires passe par des traitements mathématiques de l'équation d'état dont la précision détermine alors la pertinence des potentiels proposés.

Pour cela, nous avons été amenés directement à étudier le composé 1-2 difluoro-tetrachloro-éthane ($CFcl_2$-$CFcl_2$). L'intérêt de cette étude pour la suite est de pouvoir faire décrire à un *micro-ordinateur* les mêmes mouvements, les mêmes geste que ceux de l'expérimentateur afin qu'il puisse commander les différents appareils de mesure et traiter au mieux les données expérimentales. De la construction de l'appareil automatique destiné à mesurer les grandeurs PVT dans les liquides et solides, nous avons abouti à une robotisation du circuit haute pression et la commande de l'unité de mesure des déplacements à travers le bus *IEEE-488* (principal moyen d'entrées-sorties de notre système).

Actuellement, l'appareil est opérationnel en ce qui concerne le *HARDWARE* (expérience complètement montée) ; le logiciel pour chacune des opérations élémentaires est élaboré et les quinze (15) périphériques actifs ou passifs du micro-ordinateur sont en fonctionnement.

Faute de temps (délais de livraison de matériel pas très respectés, retard dans la réalisation de l'interface IEEE de l'unité de commande des déplacements, ...), il ne nous a pas été possible d'élaborer le logiciel pour l'asservissement complet de l'ensemble de la mesure volumétrique avant la rédaction de ce mémoire ; ceci s'effectuera dans les délais les plus courts.

INTRODUCTION

Ce sont les travaux de Tamman [1], au début de ce siècle, qui ont permis d'accéder aux pressions élevées (2MPa*).

Mais l'apanage des hautes pressions, revient à Bridgman [2] qui réalisa des pressions atteignant 40 000 MPa.

Bridgman étudia la compressibilité des liquides grâce à sa méthode du "soufflet métallique" qui permet de déterminer la variation du volume de l'échantillon en fonction de la pression et de la température. Depuis, l'utilisation de la technique des hautes pressions appliquée aux cristaux moléculaires a permis d'établir un certain nombre d'équations d'état expérimentales.

Les théoriciens se sont attachés surtout aux composés simples (gaz rares, produits monoatomiques, ...) pour donner des modèles cohérents. L'étude de cette catégorie de cristaux se trouve justifiée par la simplicité des calculs mis en jeu, et par le manque de données expérimentales dont souffre la littérature dans le cas de cristaux plus complexes.

Actuellement, les travaux s'orientent vers une recherche à caractère plus pratique, c'est ainsi que fut construit dans notre laboratoire un appareil à haute précision destiné à la mesure des grandeurs PVT dans des composés comportant des phases plastiques [3].

La méthode volumétrique basée sur le principe du "soufflet métallique" de Bridgman conduit à la détermination d'équations d'état des solides moléculaires mécaniquement plastiques.

---

* 1 MPa = 10 bar = 10^6 $N.m^{-2}$

Ghelfenstein et Szwarc [4] ont introduit le concept de pression interne, pour établir une équation capable de décrire le comportement des solides réorientationnels désordonnés.

A partir de la mesure des grandeurs PVT d'un système, la démarche scientifique consiste à déterminer les isochores puis à en déduire une équation d'état ayant un sens physique.

Ainsi, dans le cas d'isochores linéaires, le modèle de la pression interne peut rendre compte de certaines propriétés microscopiques du cristal : symétrie, potentiels interatomiques, ...

Les derniers travaux effectués au laboratoire ont permis d'observer trois comportement différents d'isochores linéaires dans les composés solides suivants :

- Benzène [5] : isochores parallèles de pente 2,5 MPa.K^{-1}, intervalle de pression 50 MPa-500 MPa, intervalle de température 250 K-320 K.

- Cyclohexane [6] : isochores divergentes à hautes pressions et à hautes températures, intervalle de pression 0,1 MPa-150 MPa, intervalle de température 220 K-290 K.

- Paradichlorobenzène [7] : isochores convergentes à pressions et températures élevées, intervalle de pression 0,1 MPa-200 MPa, intervalle de température 310 K-350 K.

Ce comportement est corrélé comme nous le verrons par la suite à la variation de la compressibilité isotherme avec la température à volume constant. La compressibilité elle-même est liée à la dérivée seconde du potentiel

interpaticulaire moyen dans le solide ; sa variation avec la température à volume constant est alors le résultat d'une déformation de la courbure du potentiel $\Phi(r)$.

On comprend alors que l'accès à cet effet exige des mesures extrêmement précises du volume du système.

En outre, les mesures volumétriques des liquides et solides moléculaires dans le domaine de pression (0,1 MPa-400 MPa) et de température (223 K-473 K) exigent de la part de l'opérateur un travail systématique, astreignant et fastidieux du fait du grand nombre de mesures nécessaires.

C'est pourquoi, nous nous sommes penchés sur l'étude d'automatisation de la mesure des grandeurs pression, volume, température. Pour mener à bien l'étude matérielle (Hardware) et logicielle (*Software*) de la robotisation de la mesure volumétrique, la première partie de ce travail se consacre à la mesure manuelle des grandeurs PVT dans le 1-2 difluoro-tetrachloroéthane ($CFcl_2$-$CFcl_2$).

De forme géométrique simple (type alcane C_2H_6), ce composé possède une faible entropie de fusion (3 unités entropiques*).

La deuxième partie est l'amélioration de la méthode volumétrique, en lui intégrant un micro-ordinateur capable de commander directement les différents appareils de mesure et de traiter les données obtenues.

Un autre champ d'applications de cette méthode est l'étude des mélanges binaires dans un domaine monophasique condensé.

La détermination d'une équation d'état du mélange tiendra compte d'un paramètre supplémentaire : la composition du système.

---

* 1 u.e = 4.18 $J.K^{-1}.mol^{-1}$

PREMIERE PARTIE

MESURE DE GRANDEURS THERMODYNAMIQUES PRESSION, VOLUME, TEMPERATURE DU 1-2 DIFLUORO-TETRACHLOROETHANE, JUSQU'A 200 MPA

PLAN DE LA PREMIERE PARTIE

Après un bref rappel des relations thermodynamiques utilisées en haute pression, nous décrivons le principe de la mesure volumétrique sous pression et l'appareillage utilisé pour la mesure des grandeurs pression, déplacement, température.

Les conclusions de cette partie portent sur les résultats expérimentaux du composé $(CFcl_2)_2$, une tentative d'établir une équation d'état de ce composé solide grâce au modèle de la pression interne et des enseignements à tirer de la méthode expérimentale en vue de l'automatisation de l'appareil.

I. METHODE VOLUMETRIQUE

1. GENERALITES

Du point de vue thermodynamique, un système est défini par la connaissance des variables pression, volume, température, composition et des relations existant entre elles.

La mesure volumétrique appliquée à des phases condensées conduit à la détermination d'équations telles que : $V = V(T,p,n)$.

Les représentation géométriques de ces équations correspondant à l'état d'équilibre, sont des isothermes (température constante), des isobares (pression constante), des isochores (volume constant), et des isoplèths (composition constante).

On calcule aisément les coefficients de dilatation thermique et de compressibilité isotherme respectifs :

$$\alpha = \frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_{p,n} \qquad \text{et} \qquad \beta_T = \frac{1}{V}\left(\frac{\partial V}{\partial p}\right)_{T,n}$$

Quant à la connaissance de potentiels thermodynamiques, il est facile de déduire la fonction enthalpie libre G (à une constante près) sachant que :

$$V = \left(\frac{\partial G}{\partial p}\right)_{T,n}$$

2. PRINCIPE DE MESURE

La méthode utilisée fait appel au principe du soufflet métallique de Bridgman.

Szwarc et collaborateurs [8] ont étendu cete méthode à l'étude de diagramme de phases de solides moléculaires

comportant des phases plastiques au sens de Timmermans (ΔS_f < 5 unités entropiques).

La mesure du volume de l'échantillon contenu dans le soufflet est ramenée à une mesure de longueur à pression et température fixes.

Dans notre système, le soufflet enfermé dans une enceinte haute pression a une extrémité fixe par rapport à l'enceinte. Deux tiges fixées aux extrémités du soufflet, coulissent dans des tubes haute pression sous l'effet des variations de pression et de température.

La variation de longueur du soufflet est détectée grâce à un noyau magnétique solidaire de chaque tige, se déplaçant dans le champ d'un transformateur linéaire situé à l'extérieur de l'enceinte de température.

La section efficace du soufflet est calculée au préalable par une mesure de variation d'un volume d'eau distillée, comparé à l'équation d'état de l'eau pure déterminée par Kell et Whalley [9], que nous considérons comme étalon primaire.

3. APPAREILLAGE

A. Confinement de l'échantillon (Figure 1)

Une masse connue de l'échantillon à étudier (déterminée par double pesée sur une balance Mettler HL52, précision 0,01 mg) est enfermée dans un soufflet en acier inoxydable (Calorstat : volume interne 10,60 cm^3, longueur 60 mm).

Le soufflet dont le débattement maximum en compression est de 12,5 mm, est fermé aux deux extrémités à l'aide d'un système sphère sur tore de type Mecabar Prolabo. L'une des extrémités est fixée à la paroi interne

de l'enceinte de pression au moyen d'une bague à serrage conique.

De chaque côté du soufflet, on fixe deux (2) tiges en acier inoxydable (longueur 500 mm, Ø 1,5 mm) à chaque fermeture.

Pour éviter les déformations liées au flambage, les tiges sont libres sur une longueur de vingt (20) millimètres près des fermetures, et coulissent dans des tubes haute pression (Autoclave Engineers, $\emptyset_{ext}$: 6,35 mm, $\emptyset_{int}$: 2,4 mm).

B. Enceinte haute pression

De forme cylindrique, l'enceinte en acier inoxydable est fermée aux deux extrémités par des culasses. Le soufflet est introduit à l'intérieur de l'autoclave dont le diamètre interne est légèrement supérieur à celui du soufflet, ce qui permet un guidage convenable. Les deux culasses reçoivent des obturateurs sur lesquels se vissent les tubes haute pression contenant les tiges. Ces tiges se vissent directement sur chaque fermeture du soufflet et portent à l'autre extrémité un noyau magnétique.

C. Enceinte de température

L'enceinte de température se présente sous la forme d'un meuble métallique dont la partie utile réservée aux expériences est une cuve en acier inoxydable.

La cellule de pression est fixée à l'intérieur de la chambre d'expérience par un équipage en Invar et les tubes haute pression contenant les tiges à tête magnétique, débouchent sur l'extérieur grâce à deux ouvertures latérales de la chambre.

L'enceinte est thermostatée par un caisson à température Secasi, muni d'un régulateur au dixième de degré.

1 Soufflet métallique
2 Autoclave de pression
3 Point fixe de soufflet
4 Tige métallique
5 Tube haute pression
6 Tête magnétique
7 Capteur de déplacement
8 Table micrométrique de déplacement
9 Support de table
10 Table optique

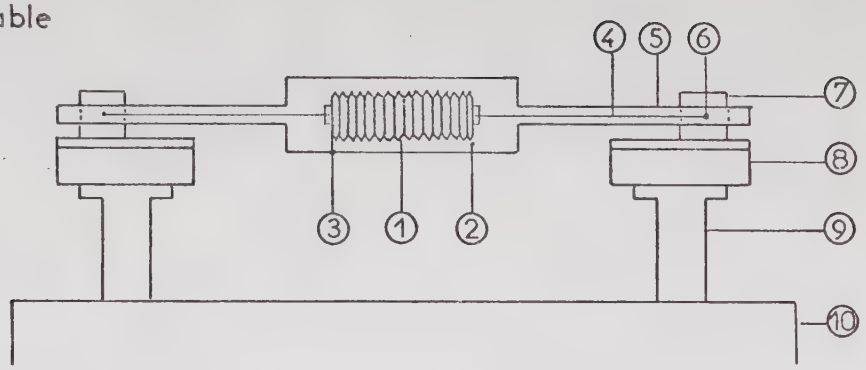


Figure 1. Schéma de principe de mesure

Le domaine de température pouvant être étudié est compris entre -50°C et +200°C.

D. Mesure du déplacement

Le déplacement est mesuré à l'aide de deux capteurs à transformateur différentiel (Schlumberger CD 3322/1, étendue de mesure ≃ 25 mm), à l'intérieur desquels se meut un noyau de haute perméabilité magnétique lié à chaque tige. Ces deux capteurs sont disposés symétriquement de part et d'autre de l'enceinte de température et reposent sur des tables micrométriques (Micro Contrôle MT 50.16).

Chaque table entrainée par un moteur pas à pas, effectue des déplacements par incrément de 0,1 µm.

La position du noyau permet de connaitre le sens du déplacement grâce à un conditionneur (Schlumberger CA 3100, à deux voies de mesure) auquel sont reliés les deux capteurs.

Comme il est difficile de savoir si les caractéristiques essentielles du capteur (linéarité et sensibilité) sont conservées dans le temps et lors des variations de la pression et de la température ; on mesure le déplacement par les tables micrométriques et le capteur est utilisé comme détecteur de zéro ; celui-ci étant indépendant des conditions extérieures.

Cette méthode du zéro appliquée aux deux côtés du soufflet, permet de connaitre les déplacements de l'extrémité libre du soufflet et de les corriger des effets parasites dus à la dilatation ou à la compressibilité de la tige. L'ensemble "mesure de déplacement" est monté sur une table optique (Micro Contrôle type G4N95, L = 2 m, ℓ = 0,479 m) isolée de toute vibration, ce qui assure une bonne stabilité mécanique.

E. Mesure de la température

La température de l'échantillon est déterminée à l'aide d'une sonde de platine (100 Ω à 0°C) placée à l'intérieur de la paroi de l'enceinte de pression.

Un convertisseur Schlumberger transforme directement la variation de la résistance de platine en unité de tension.

La justesse de la mesure est de 3/10 de degré Celsius.

F. Mesure de la pression

Le générateur de pression est une pompe manuelle à vis Nova (200 MPa ou 400 MPa). La pression est transmise à travers les tubes jusqu'à la cellule, soit par l'éther de pétrole, soit par un polypropylène hydrogéné, selon la gamme de température.

La pression est mesurée à l'aide d'un capteur à jauge de contrainte (Intersonde, type XR17, 0-400 MPa), relié à un circuit électronique qui affiche directement en unité de pression le signal délivré par le capteur.

Ce capteur est étalonné périodiquement à l'aide d'une jauge à poids mort Budenberg 280 H dont la portée maximale est de 110 MPa ; la précision sur la mesure est de 10^{-3}.

4. ETALONNAGE

Le volume de l'échantillon est calculé à partir de la mesure de la longueur du soufflet, cela suppose que sa section efficace soit connue.

Celle-ci est déterminée par application de la méthode volumétrique, par référence aux données PVT sur l'eau pure de Kell et Whalley. Soit :

$$\Delta\ell = \ell^{libre} \pm \ell^{fixe} \qquad (1)$$

$\Delta\ell$: déplacement du soufflet lors d'une compression (ou détente),

ℓ^{libre} : déplacement de l'extrémité libre du soufflet,

ℓ^{fixe} : déplacement de l'extrémité fixe du soufflet.

La grandeur physique ℓ peut être décrite par un polynôme de la forme :

$$\ell = a_o(T) + a_1(T)p + a_2(T)p^2 + a_3(T)p + \ldots \qquad (2)$$

L'ajustement par la méthode des moindres carrés, appliqué à l'expression (2) peut être limité au deuxième degré $\left(a_3(T) << a_2(T)\right)$. On détermine ainsi la valeur des paramètres a_o, a_1 et a_2.

La section efficace du soufflet est déterminée à partir de :

$$\Delta V = - S|\Delta\ell| \qquad (3)$$

la variation de longueur du soufflet :

$$\Delta\ell = (p-1)[a_1(T) + (p+1)a_2(T)] \qquad (4)$$

la variation du volume :

$$\Delta V = m(p-1)[b_1(T) + (p+1)b_2(T)] \qquad (5)$$

$\Delta V = V - V_o < 0$ car $|b_1| > |b_2|$ avec $b_1 < 0$.

V : volume d'eau pure donnée par les tables de Kell et Whalley,

V_o : volume d'eau pure à pression atmosphérique.

d'où
$$\boxed{S = - \frac{m[b_1(T) + (p+1)b_2(T)]}{a_1(T) + (p+1)a_2(T)}} \qquad (6)$$

à pression atmosphérique :

$$\boxed{S = - \frac{m[b_1(T) + 2b_2(T)]}{a_1(T) + 2a_2(T)}} \qquad (6 \text{ bis})$$

Les valeurs de la section efficace du soufflet métallique en fonction de la pression à T = 298,16 K sont représentées sur la Figure 2 (Fuchs).

On trouve : $\overline{S} = (2,8621 \pm 0,0036)\,cm^2$,
soit une incertitude $\Delta S/S$ comprise entre 10^{-3} et 2.10^{-3}.

La dispersion des points à plus basse pression relève probablement d'un mauvais remplissage du soufflet (présence de bulles d'air plus sensibles dans ce domaine de pression qu'à pression plus élevée). Le fait que la section efficace du soufflet soit constante est tout à fait compréhensible puisque les grandeurs pression externe au soufflet et pression interne au niveau du soufflet sont à tout instant égales et que la différence de ces deux grandeurs n'excède pas trois bar même à très haute pression.

Les seuls effets qui peuvent modifier les valeurs de la section efficace sont de deux types :

- lorqu'on change les paramètres pression et température au niveau du soufflet, celui-ci se déforme et la correction due à Regnault : $V = V_o[1 + \alpha_\ell(T-298) - \beta_T.p]$ sur le volume molaire de l'échantillon est très faible ;

- les déformations mécaniques intrinsèques au soufflet, mais les mesures de Scaife et collaborateurs [10] ont montré que la section gardait toujours une valeur constante du fait de la conception particulière du soufflet.

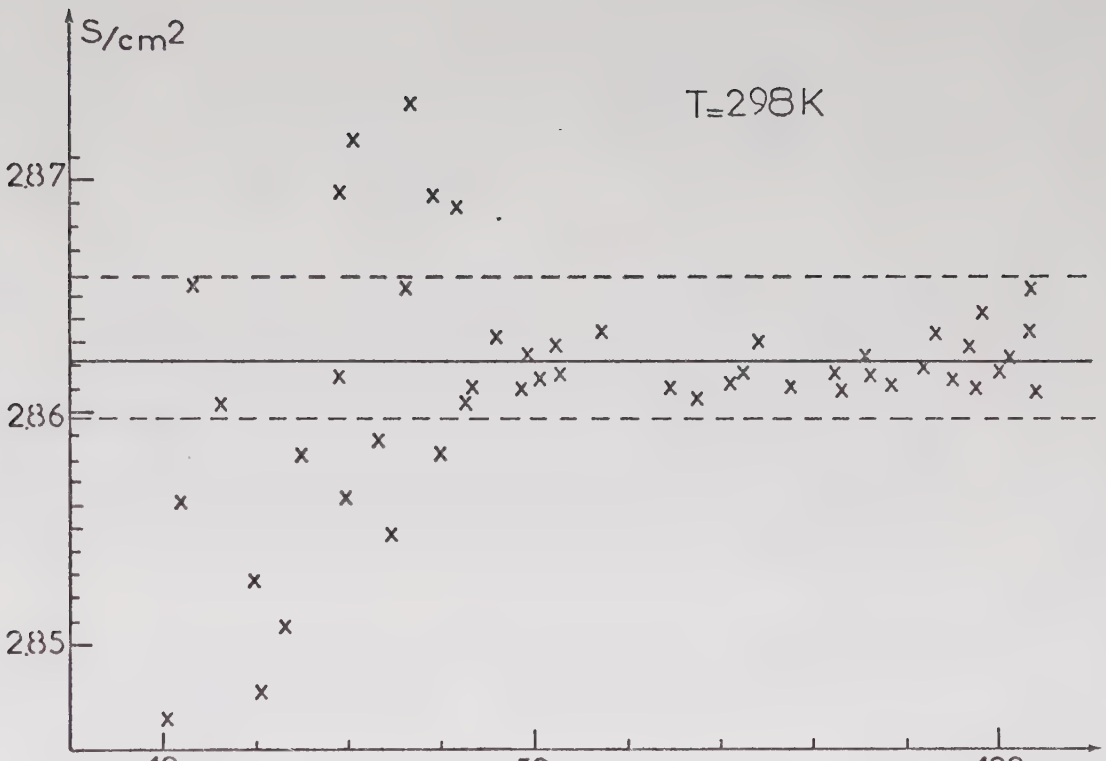


Figure 2. Section efficace du soufflet

II. RESULTATS

1. A QUOI SERVENT LES MESURES VOLUMETRIQUES ?

Le but poursuivi par l'étude de la mesure volumétrique d'un fluide pur ou d'un mélange de fluides en phase condensée est l'obtention d'une équation d'état applicable dans des conditions de température et de pression données.

Par ailleurs, la connaissance de la densité du composé à étudier permet de déterminer d'autres propriétés physiques reliées à cette grandeur et de tester la validité des modèles théoriques proposés.

Cette méthode peut avoir de nombreuses applications techniques ; dans le cas des mélanges pétroliers, l'application d'équation d'état peut servir à améliorer la récupération du pétrole. Elle peut permettre le dépiégeage du pétrole en lui injectant un gaz miscible dans des conditions de température, pression et composition bien définies.

2. ETUDE DU COMPOSE : LE 1-2 DIFLUORO-TETRACHLORO-ETHANE $(CFcl_2)_2$

Le 1-2 difluoro-tetrachloroéthane fait l'objet de la mesure volumétrique d'une part, à cause du large domaine d'existence de sa phase plastique liée à une grande liberté d'orientation moléculaire, et d'autre part, des propriétés intéressantes de cristal vitreux [11] qu'il présente, propriétés étudiées par ailleurs à l'aide des rayons X au laboratoire. Ce produit à conformation moléculaire simple est pur à mieux que 99 % (Merck pour analyse).

3. MODE OPERATOIRE

La mesure volumétrique conduit à la détermination des isothermes $V = f(p)_T$ dont l'expression analytique s'écrit :

$$V_T^p = V_T^o \pm \Delta V_T^p \qquad (7)$$

où $\Delta V_T^p = - S|\Delta \ell|$ [3], tel que S (Section efficace du soufflet) est calculée à partir de la courbe d'étalonnage de la Figure 2.

V_T^o représente le volume molaire du composé à pression atmosphérique, il est nécessaire de connaitre sa valeur : elle constitue le premier point connu.

L'isotherme correspondant à la température du point de référence (V_T^o) est parcourue entre 0,1 MPa et 200 MPa dans nos mesures. Les différentes isothermes sont obtenues de la même manière, en prenant soin de vérifier la reproductibilité globale des mesures ; ceci peut se faire par retour au point zéro de la mesure au début de chaque isotherme ou à la fin de l'expérience.

4. RESULTATS EXPERIMENTAUX

A. Isothermes

La Figure 3 illustre les différentes isothermes dans le 1-2 difluoro-tetrachloroéthane entre 298,46 K et 374,66 K dans l'intervalle de pression 0,1 MPa- 200 MPa.

Lorsqu'on parcourt une isotherme dans le sens des pressions décroissantes, on observe successivement :

- le domaine du solide (forme parabolique),
- une transition isotherme - isobare (fusion),
- le domaine du liquide (courbe linéaire).

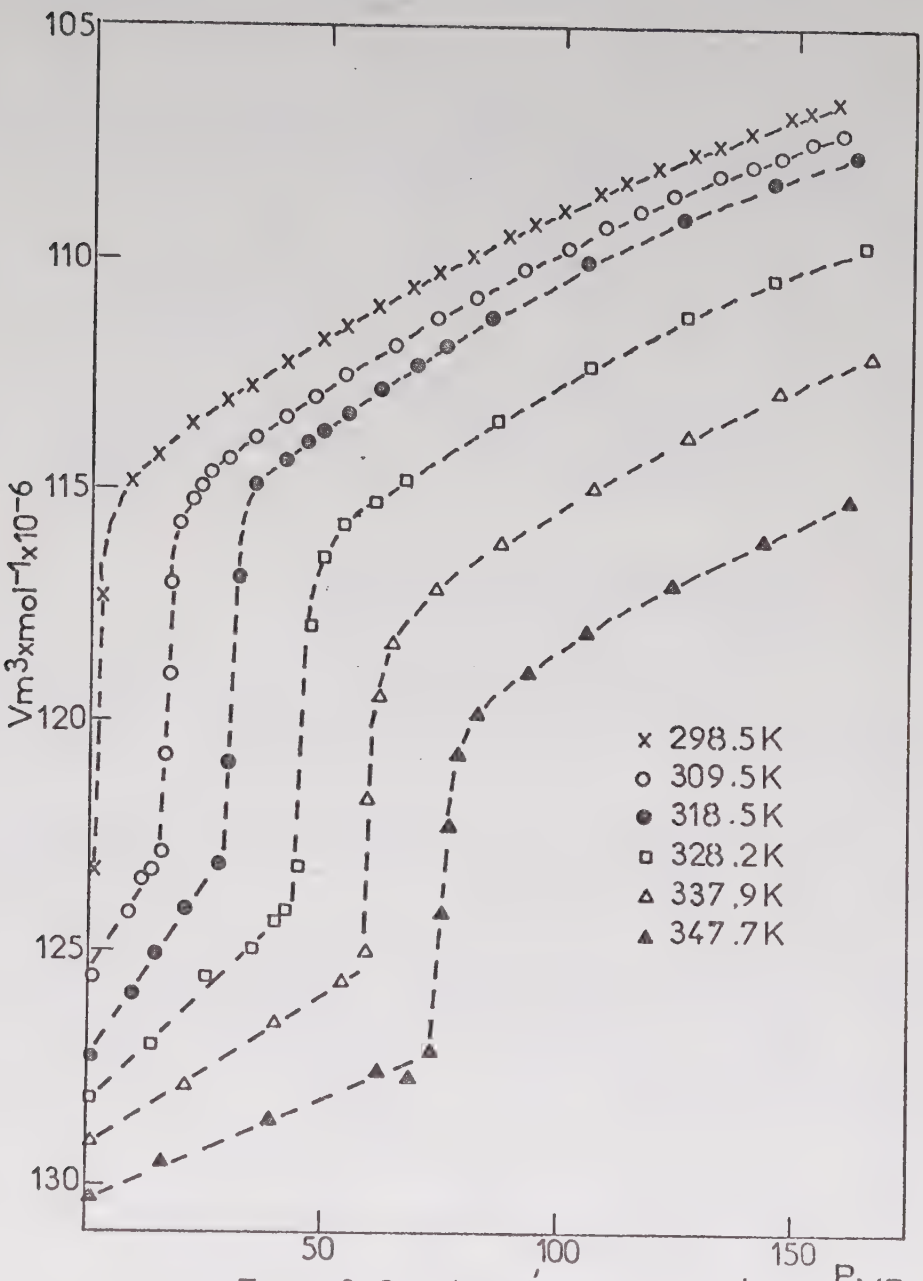


Figure 3. Courbes d'isothermes du $C_2Cl_4F_2$

Lors de la transition isotherme-isobare, on distingue :

- une partie incurvée correspondant à un phénomène précurseur de fusion dans la phase solide (limite d'existence de la phase solide),

- une ligne droite étalée dans tout le domaine de la fusion,

- cette fusion est terminée par l'apparition d'un point anguleux (disparition du dernier germe cristallin).

La courbe obtenue lors d'une détente (entre 200 MPa et 0,1 MPa) est assez reproductible sauf dans la zone de préfusion où on observe une hystérésis.

B. Equations des isothermes

Pour déterminer V_T^p dans l'équation (7), il est important de connaitre le volume de référence V_T^o.

Pour le $(CFcl_2)_2$, cette grandeur est calculée à partir des valeurs de densité données par Beilstein [12]. On trouve dans le Tableau 1 les différentes valeurs du volume molaire à quatre températures (Beilstein). L'expression analytique qui décrit de façon correcte la grandeur V_T^o en fonction de la température correspond à :

$$V_T^o = a_o(p) + a_1(p)T + a_2(p)T^2 \qquad (8)$$

L'ajustement mathématique donne les valeurs des paramètres a_o, a_1, a_2 avec un bon coefficient de détermination.

Dans le Tableau 2 figure les différentes valeurs du volume molaire du $(CFcl_2)_2$ ainsi que la précision relative $\Delta V_T^o/V_T^o$ pour chaque isotherme.

Le volume molaire choisi comme point de référence pour l'ensemble des isothermes correspond à la température 309,46 K.

T/K	298,16	303,16	308,16	363,16
Densité $C_2cl_4F_2/H_2O$ (77 K)	1,6447	1,6358	1,6252	1,5146
$V^o/10^{-6}$ $m^3.mole^{-1}$	123,9314	124,6057	125,4184	134,5768

TABLEAU 1

Densités et volumes molaires du $C_2cl_4F_2$ à pression atmosphérique (Beilstein).

T/K	298,46	309,46	318,46	328,18	337,86	347,66
$V^o/10^{-6}m^3.mole^{-1}$	123,9560	125,5929	126,9837	128,5344	130,1390	131,8147
$\Delta V^o/V^o$	$1,9.10^{-2}$	-	$1,3.10^{-2}$	$2,0.10^{-2}$	$2,7.10^{-2}$	$3,6.10^{-2}$

TABLEAU 2

Volumes molaires du $C_2cl_4F_2$ à pression atmosphérique (notre travail).

C. Précision des mesures

Le développement du volume molaire en fonction de la pression s'écrit suivant l'équation de Bridgman :

$$V_T^p = a_o(T) + a_1(T)p + a_2(T)p^2 + \ldots \qquad (9)$$

L'ajustement de V_T^p limité au deuxième degré dans la phase solide donne les coefficients a_o, a_1, a_2.

Dans le Tableau 3, on retrouve les paramètres a_o, a_1, a_2 et les déviations maximum des ajustements à différentes températures de mesure.

D. Courbe de fusion

Le phénomène de fusion est connu pour être une transition de premier ordre. Or, il apparait sur la Figure 3 une déformation en arrondi des courbes solides V(p) à l'approche de la fusion.

Le phénomène se poursuit ensuite de façon quasi-isobare jusqu'au point anguleux représenté sur les isothermes.

Ce comportement dans le domaine de la fusion a été observé dans le furane [13], le thiophène [14], le tetrachlorure de carbone [15], le benzène [5] ainsi que dans d'autres solides moléculaires (ammoniac [16]).

Le lieu des points expérimentaux de la fusion peut être décrit pour l'expression :

$$p = a + bT \qquad (10)$$

où p en MPa, et T en K (voir Figure 3 bis).

L'ajustement linéaire donne : a = -429,45 ; b = 1,4491 et r^2 = 0,9999.

En prenant le logarithme népérien des deux membres de l'expression (10), on aboutit à :

$$\mathrm{Ln}(p+p_o) = A + B\mathrm{Ln}T \qquad (11)$$

T/K	a_o	a_1	a_2	erreur moyenne
298,46	115,2069	$- 7,72 \times 10^{-2}$	$1,44 \times 10^{-4}$	$4,53 \times 10^{-2}$
309,46	116,6249	$- 8,52 \times 10^{-2}$	$1,68 \times 10^{-4}$	$5,06 \times 10^{-2}$
318,46	117,9685	$- 9,66 \times 10^{-2}$	$2,07 \times 10^{-4}$	$5,57 \times 10^{-2}$
328,18	120,2953	$- 9,45 \times 10^{-2}$	$1,85 \times 10^{-4}$	$7,12 \times 10^{-2}$
337,86	123,3275	$- 9,77 \times 10^{-2}$	$1,80 \times 10^{-4}$	$6,79 \times 10^{-2}$
347,66	126,7724	$-10,1 \times 10^{-2}$	$1,82 \times 10^{-4}$	$5,61 \times 10^{-2}$

TABLEAU 3

Ajustement sur $V_T^p = a_o + a_1 T + a_2 T^2$.

T/K	p_f/MPa	ΔV_f/cm^3.mole^{-1}	$\frac{dp}{dT}$/MPa.K^{-1}	ΔS_f/J.K^{-1}.mole^{-1}	ΔM_f/kJ.mole^{-1}
298,46	3	9,2	1,4486	13,33	3,98
309,46	19	8,6	1,4488	12,46	3,86
318,46	32	8,1	1,4487	11,73	3,74
328,18	46,5	7,9	1,4502	11,46	3,76
337,86	60,5	7,7	1,4498	11,16	3,77
347,66	74	7,6	1,4478	11,00	3,83

TABLEAU 4

Valeurs des grandeurs thermodynamiques de la fusion du $CFcl_2$-$CFcl_2$.

On reconnait l'équation de Simon et Glatzel [17] où B est le facteur à ajuster.

L'expression mathématique (11) ajustée devient :

$$Ln(p+429,45) = 0,3709 + 0,9999\ LnT \qquad (12)$$

On détermine la pente de la courbe de fusion en utilisant la formule de Clausius-Clapeyron :

$$\frac{dp}{dT} = \frac{\Delta S_f}{\Delta V} \qquad (13)$$

Le Tableau 4 réunit les différentes valeurs des grandeurs thermodynamiques de la courbe de fusion.

On vérifie bien le critère des phases plastiques au sens de Timmermans, (ΔS_f < 5 unités entropiques).

E. Détermination des isochores

Les isochores sont obtenues par intersection des droites de volume constant avec les isothermes de la Figure 3.

Les points résultants(pression, température) pour chaque volume (V_1 = 114, V_2 = 113, V_3 = 112, V_4 = 111, V_5 = 110 en $m^3.mol^{-1}.10^{-6}$) sont regroupés dans le Tableau 5.

Le tracé des courbes de la Figure 4 montre que les isochores dans le domaine étudié (ΔT = 50 K, Δp = 180 MPa) ne sont pas linéaires.

L'expression analytique qui ajuste correctement les différentes valeurs de pression en fonction de la température correspond à l'exponentielle : $p = ae^{bT}$ ($a > 0$).

Dans le calcul des pentes d'isochores (Tableau 6), on observe trois domaines :

$V_{m^3.mole^{-1}.10^{-6}}$	114	113	112	111	110
T_K	P_{MPa}	P_{MPa}	P_{MPa}	P_{MPa}	P_{MPa}
298,46	17,48	29,15	42,42	59,61	76,16
309,46	30,29	45,08	60,91	78,13	96,56
318,46	47,51	64,39	81,88	97,49	117,24
328,18	77,16	94,56	112,64	123,76	144,52
337,86	125,32	138,88	154,95	-	-

TABLEAU 5

Isochores du $C_2cl_4F_2$.

$V_{m^3,mole^{-1},10^{-6}}$	114	113	112	111	110
T_K	$\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_v$ MPa.K^{-1}	$\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_v$ MPa.K^{-1}	$\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_v$ MPa.K^{-1}	$\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_v$ MPa.K^{-1}	$\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_v$ MPa.K^{-1}
T_1 298,46	0,93	1,12	1,31	1,50	1,68
T_2 309,46	1,60	1,73	1,86	1,99	2,12
T_3 318,46	2,47	2,49	2,51	2,53	2,54
T_4 328,18	3,92	3,71	3,49	3,28	3,06
T_5 337,86	6,19	5,62	5,04	-	-

TABLEAU 6

Pentes des isochores du $C_2cl_4F_2$.

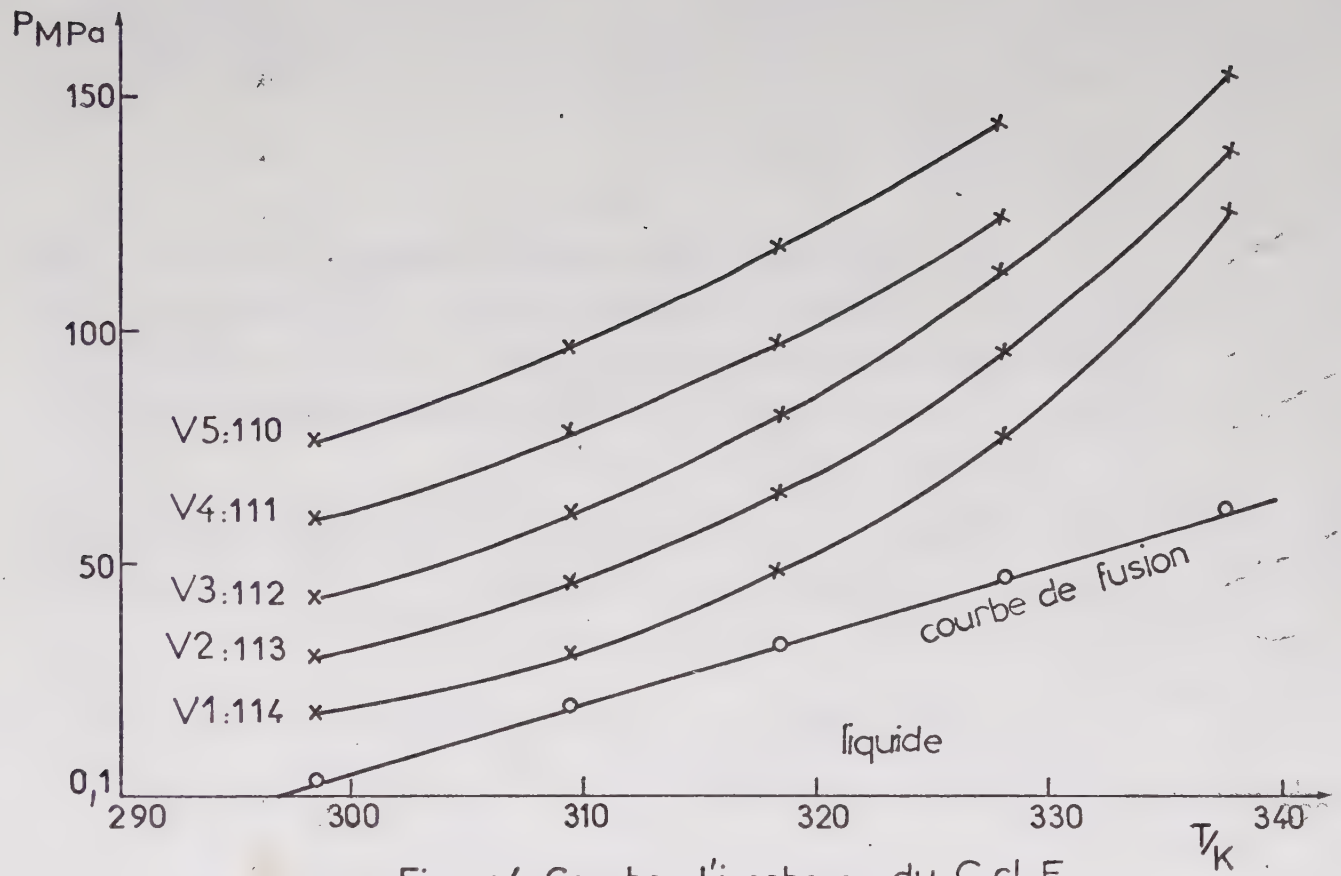


Figure 4. Courbes d'isochores du $C_2Cl_4F_2$

- une convergence d'isochores à basses températures (T_1 et T_2),

- une isochore de pente à peu près constante, égale à 2,51 $MPa.K^{-1}$ (T_3),

- une divergence d'isochores à hautes températures (T_4 et T_5).

Ces différents comportements des isochores à T_1 (298,46 K), T_2 (309,46 K), T_3 (318,46 K), T_4 (328,18 K) et T_5 (337,86 K) sont représentés sur la Figure 4^{bis}.

F. Discussion

Des résultats expérimentaux obtenus par volumétrie dans le 1-2 difluro-tetrachloroéthane ($C_2F_2cl_4$), on a pu noter une préfusion en arrondi dans la phase solide et un réseau d'isochores non-linéaires dans un faible domaine de température associé à la pression.

Bridgman [2], le premier en 1931 interpréta le phénomène précurseur de la fusion par l'existence d'impuretés dans l'échantillon.

L'expérience montre que l'étendue de la zone de préfusion est indépendante du taux d'impuretés (compris entre 0,02 % et 1 % ; voir A.H. Fuchs [5] p. 53).

A notre avis, il est insuffisant d'attribuer l'effet de préfusion aux impuretés chimiques seules, la présence d'un certain nombre de microhétérogénéïtés dues au caractère non-parfait du solide y contribue aussi.

Certains auteurs [18] pensent néanmoins que la préfusion est due à une mise en instabilité progressive de la phase solide.

Dans l'hypothèse des potentiels atome-atome ne dépendant en première approximation que du volume, le modèle de la pression interne [19] peut donner une explication du

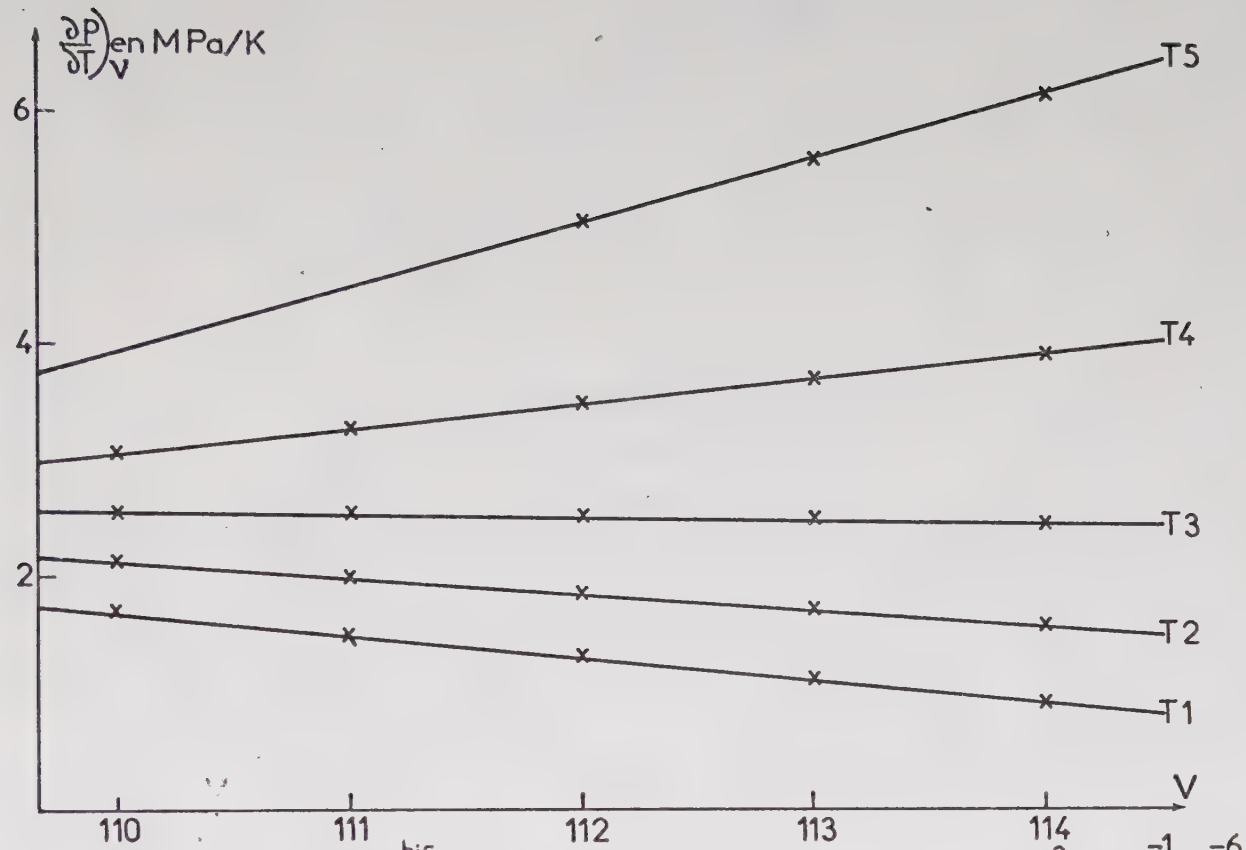


Figure 4 bis. Pentes d'isochores du $C_2Cl_4F_2$

comportement du cristal à la limite d'existence de sa phase solide.

L'énergie libre F d'un cristal s'écrit comme la somme d'un terme statique F_o et d'un terme dynamique F* :

$$F = F_o + F^* \qquad (1)$$

Par dérivation de l'expression (1) par rapport au volume, on obtient :

$$p = p_o + p^* \qquad (2)$$

$p_o = p(V,o)$ représente la pression statique pour obtenir V au zéro absolu,

$p^* = p(V,T)$ représente la pression interne dynamique.

On écrit la fonction enthalpie libre :

$$G = F + pV \qquad (3)$$

soit : $$G = F_o + F^* + pV \qquad (4)$$

ou : $$G = F_o - p^*V + pV \qquad (5)$$

F_o étant l'énergie de cohésion du cristal au zéro absolu, p représente la pression externe.

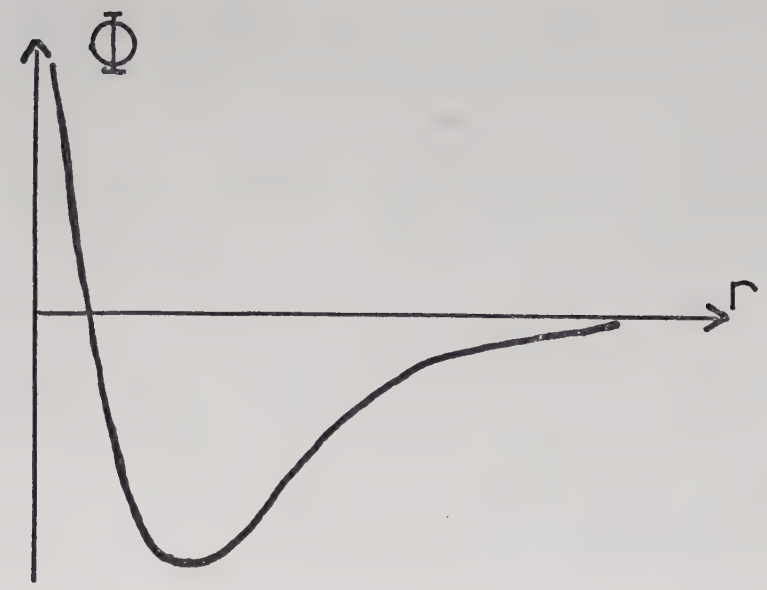
Dans les conditions de pression et température nulles, quand $p^* > p$, la pression interne provoque une déformation du potentiel $G = G(V)$, de façon à réduire la barrière de potentiel (Figure 5) [20].

L'effet de préfusion serait dû aux fluctuations de l'énergie et la fusion se produit lors du franchissement de la barrière de potentiel.

Pour établir une équation d'état à partir de la méthode volumétrique, considérons le coefficient de compressibilité isotherme :

$$\beta_T = -\frac{1}{V} \cdot \frac{\partial V}{\partial p}\Big)_T \qquad (6)$$

qu'on écrit aussi : $$\frac{\partial p}{\partial V}\Big)_T = -\frac{1}{\beta_T \cdot V} \qquad (7)$$



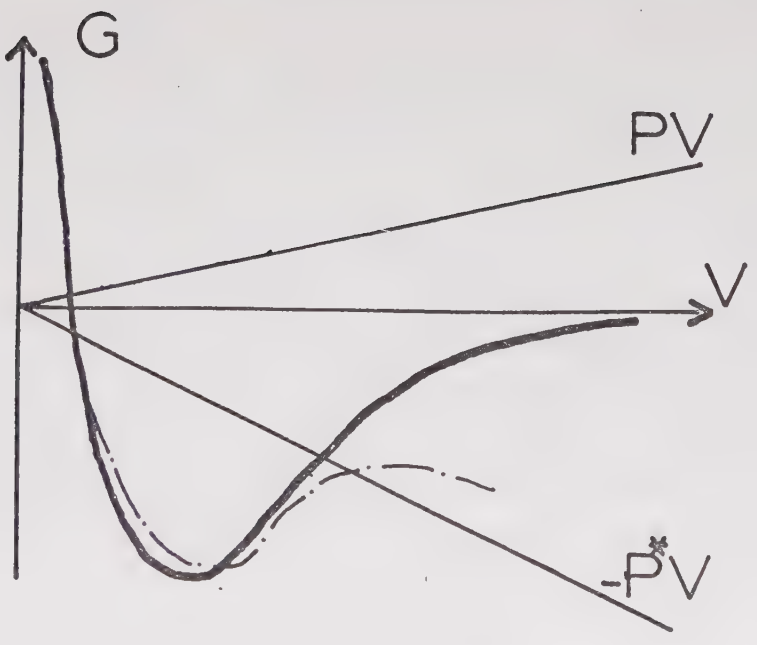


Figure 5

p étant une variable d'état, on a :

$$\frac{\partial^2 p}{\partial V . \partial T} = \frac{\partial^2 p}{\partial T . \partial V} \qquad (8)$$

en écrivant :

$$\frac{\partial^2 p}{\partial T . \partial V} = \frac{\partial}{\partial T}\left(\frac{\partial p}{\partial V}\right)_T = \frac{\partial}{\partial T}\left(-\frac{1}{\beta_T . V}\right) = \frac{1}{\beta_T^2 . V} \cdot \left(\frac{\partial \beta}{\partial T}\right)_V \qquad (9)$$

On retrouve :

$$\left[\frac{\partial}{\partial V}\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_V\right]_T = \frac{1}{\beta_T^2 . V}\left(\frac{\partial \beta}{\partial T}\right)_V$$

On obtient des isochores linéaires, lorsque la pente des isochores $\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_V$ à volume constant, est une constante, soit :

$$\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_V = f(V) \Rightarrow \beta_T = f(V)$$

Sachant que :

$$V = \left(\frac{\partial G}{\partial p}\right)_T$$

La compressibilité isohterme est liée à la déformation du potentiel G par la relation :

$$\beta_T = -\frac{1}{V} \cdot \left(\frac{\partial^2 G}{\partial p^2}\right)_T$$

Pour des isochores linéaires où la compressibilité isotherme du solide ne dépend que du volume (propriété qui dénote de l'arrangement mutuel d'entités du solide), l'hypothèse de potential atome-atome (potentiel d'interactions ne dépendant que du volume) est assez bien vérifiée.

Dans le cas du 1-2 difluro-tetrachloroéthane, l'examen des pentes d'isochores montre :

- à T_4, T_5 $\quad \frac{\partial}{\partial V}\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_V > 0$: isochores divergentes (cas du cyclohexane) ;
- à T_1, T_2, T_3 $\quad \frac{\partial}{\partial V}\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_V < 0$: isochores convergentes (cas de de la phase I du paradichlorobenzène).

L'interpolation des coefficients de pentes d'isochores en fonction du volume (Figure 5), donne :

- à $T_{int} \simeq 319,3$ K, $\frac{\partial}{\partial V}\left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_V = 0$ et $\frac{\partial p}{\partial T}\Big)_V \simeq 2,60$ MPa.K^{-1}

(cas du benzène)

Il apparait d'après ces résultats, trois états différents du solide pour lesquels l'orientation des molécules changerait des basses températures (T_1,T_2), pour devenir constante à T_{int} (et $\simeq T_3$), avant de changer à nouveau à hautes températures (T_4,T_5).

5. REMARQUES

L'étude expérimentale du composé 1-2 difluro-tetrachloroéthane par l'appareil de mesures manuelles des grandeurs PVT, nous a permis de nous rendre compte de :

- La lenteur des mesures (le temps d'équilibre entre deux points expérimentaux en phase solide ou liquide d'une isotherme est de l'ordre d'une demi-heure ; l'attente est beaucoup plus longue pour les points appartenant à la courbe de fusion).

Le tracé de six isothermes a duré deux mois et l'investigation de ces résultats afin d'obtenir des isochores représente un mois de plus, alors que le domaine de température pouvant être étudié est entre -50°C et +200°C.

- La nécessité d'une présence physique devant l'appareil (vérifier si le point expérimental est bien stable, faire le relevé du point et agir sur la pression).

Dans ce genre d'étude expérimentale où les résultats sont obtenus après une durée assez longue, il est avantageux d'avoir des points expérimentaux en plus grand nombre et de bonne précision, de s'assurer de la reproductibilité de ces points.

Car, la détermination d'une équation d'état du composé solide fait que les erreurs induites au début de l'expérience s'accumulent puis se trouvent encore amplifiées par les diverses manipulations mathématiques du résultat expérimental.

Les résultats curieux que nous avons obtenus sur le $(CFcl_2)_2$ méritent donc une infirmation ou une confirmation par une statistique d'un plus grand nombre de mesures expérimentales et dans un domaine de température plus étendu.

D'autant plus que si nous avons procédé à l'étude d'un mélange où cette fois-ci, il faut tenir compte d'un paramètre supplémentaire (la composition du système), cela nécessiterait quasiment un robot pour donner des mesures expérimentales sures.

C'est pourquoi, nous nous sommes attaqués à l'automatisation de l'appareil de mesure de grandeurs thermodynamiques pression, volume, température d'un système.

En parallèle, certaines améliorations ont été apportées au bon fonctionnement de l'appareil :

- mise au point d'un système d'alignement mécanique de l'ensemble des mesures (table optique, support de tables,...),

- mise en place de l'ensemble d'appareils dans une pièce thermostatée.

DEUXIEME PARTIE

AUTOMATISATION DE L'EXPERIENCE

I. POSITION DU PROBLEME

L'expérience manuelle abandonnée, il s'agit pour nous de créer un environnement différent autour de la cellule de mesure. Automatiser une expérience implique nécessairement l'intégration au système expérimental d'une machine programmable (ordinateur) et d'appareils (périphériques) adaptables à l'unité informatique.

Avec l'avènement des *microprocesseurs* et d'autres composants *L.S.I.*, depuis 1976, les techniques d'automatisation pour des applications scientifiques ou autres sont devenues courantes.

Cependant, l'utilisation d'un micro-ordinateur pour ce genre d'application se heurte généralement au problème de la liaison de *l'unité centrale (C.P.U.)* aux différents périphériques.

Ce problème a été grandement simplifié grâce à la conception et la standardisation *d'interfaces* spécialisées destinées à la connexion d'appareils électroniques et à la communication entre l'ordinateur et les périphériques.

1. DISPOSITIF MANUEL DE MESURES VOLUMETRIQUES (Figure 6)

Afin d'obtenir 1 point d'une isotherme, nous allons énumérer les différentes étapes à suivre : (soufflet à température T)

1) Vanne 1 fermée, s'assurer que $p_1 = p_2$,
2) Ouvrir la vanne 2, engendrer une pression p,
3) Lorsque $p_2 = p$, fermer la vanne 1,
4) Détendre la pompe à pression,
5) Le soufflet se comprime peu à peu, l'appareil relié aux capteurs ℓ_1 et ℓ_2 donne le sens de déplacement des têtes magnétiques : scruter cet appareil,

6) Ramener les capteurs ℓ_1 et ℓ_2 au zéro électrique à l'aide de l'unité de commande des tables micrométriques,
7) Le nombre de pas effectués par les tables micrométriques afin de ramener les capteurs au zéro électrique constitue une $i^{ème}$ mesure de déplacements du soufflet,
8) Scruter une nouvelle fois l'appareil relié aux deux capteurs ℓ_1 et ℓ_2 ; si ceux-ci ne sont pas au zéro électrique, répéter la séquence à partir de 6,
9) L'expérience manuelle nous a montré que l'équilibre thermodynamique en phase solide ou liquide est atteint au bout d'une demi-heure, alors que l'équilibre dans la zone de fusion est obtenu au bout de 24 heures,
10) Une fois que la pression p_2 et la température T ne varient plus dans le temps, le nombre de pas effectués par les tables micrométriques pour ramener les capteurs au zéro électriques (ne varie plus) correspond au déplacement de chaque tige du soufflet donné par l'appareil de commande des tables micrométriques,
11) La saisie de données (p_2, T, L_1, L_2) étant faite, la variation du volume du soufflet correspond à $\Delta V = S|\Delta L|$ avec S : section efficace du soufflet,
12) Recomprimer la pompe à pression, lorsque $p_1 = p_2$, s'arrêter,
13) Ouvrir la vanne 1,
14) Engendrer un nouveau pas de pression, répéter la séquence à partir de 3.

2. LA MACHINE REMPLACE L'HOMME

Le micro-ordinateur, cerveau de notre système de mesures des grandeurs pression, volume, température, doit permettre la commande à distance d'appareils électriques et la réalisation de la saisie des données expérimentales.

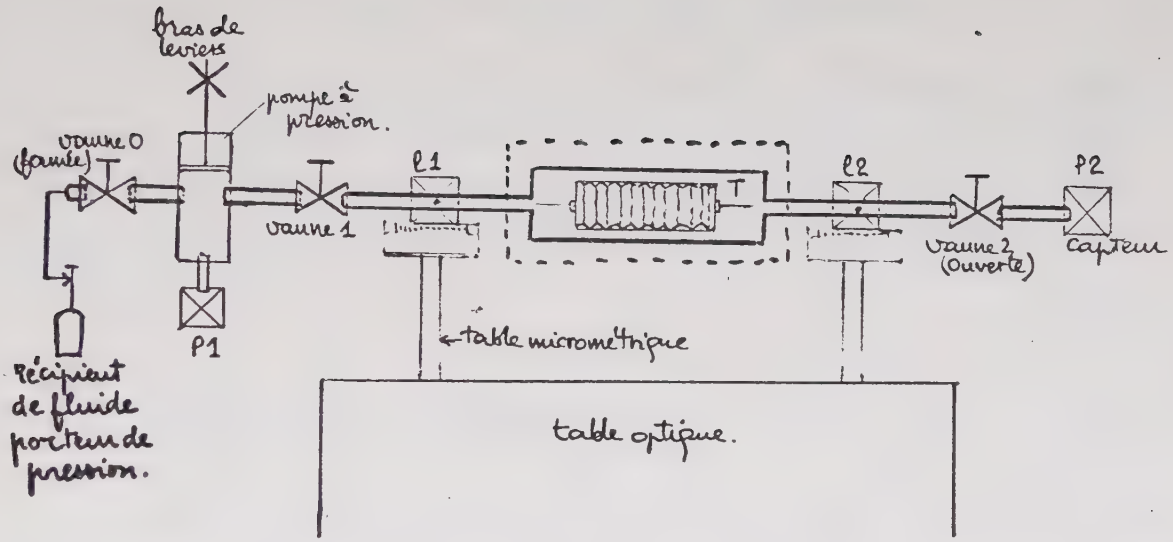


Figure 6. Dispositif manuel de mesures volumétriques.

Pour obtenir une "isotherme" lors d'une compression par exemple, le système doit :

- engendrer une pression, la contrôler, puis la transmettre à la cellule de mesure,
- faire la conversion des grandeurs analogiques (pression, température, déplacement) en numériques,
- scruter les différents périphériques,
- compter le nombre de pas des tables micrométriques, pour évaluer exactement les déplacements de l'échantillon,
- traiter les données,
- imprimer les résultats,
- s'arrêter à la fin d'un cycle d'une isotherme.

L'intervention manuelle consiste à préparer l'échantillon, le placer à l'intérieur de l'enceinte de pression, fixer l'enceinte de pression puis l'enfermer dans la cuve thermostatée et enfin changer de température à chaque nouvelle isotherme.

3. PLAN DE LA SECONDE PARTIE

La réalisation d'un appareil automatique passe obligatoirement par l'étude et l'analyse du système informatique ; c'est pourquoi, au début de cette étude, nous donnons la synoptique d'un système à micro-processeur.

Nous définissons plus particulièrement la structure d'un micro-ordinateur à travers l'unité centrale, les circuits mémoires et les circuits d'entrées-sorties.

Pour être complet, nous ajoutons au cerveau du système informatique (micro-ordinateur), l'unité de stockage (lecteur de cassette ou disquette), l'imprimante (grâce à laquelle les informations sortent sur papier) et les supports (cassette ou disquette) contenant le logiciel.

Nous abordons ensuite, la phase principale de cette étude qui est la liaison des différents périphériques du micro-ordinateur à l'unité centrale.

Nous définissons la notion d'interfaces, la distinction entre interfaces séries et interfaces parallèles et nous introduisons les interfaces de type bus.

Nous parlons des raisons du choix de la configuration informatique et du système retenu (système CBM 8001) ; à ce moment là, nous étudions le bus IEEE 488 et nous essayons de donner l'importance des périphériques intelligents.

Enfin, la partie description et fonctionnement de l'appareil automatique pour la mesure des grandeurs PVT va être divisée en trois domaines, chaque domaine correspond à la grandeur thermodynamique associée :

- le circuit haute pression pour la grandeur p,
- le système de mesure des déplacements pour la grandeur V, puisque la mesure du volume de l'échantillon est ramenée à une mesure de longueur dans notre expérience,
- l'acquisition des données regroupant les trois grandeurs PVT.

Les performances actuelles de l'appareil (robotisation du circuit haute pression, automatisation de la mesure des déplacements) et les applications futures (nous figurons notamment l'organigramme de fonctionnement pour l'appareil automatique) sont traitées en fin de chapitre.

En conclusion, nous faisons le point de l'étude des deux parties de ce mémoire et ce à quoi nous nous attendons du fonctionnement de l'appareil automatique pour la mesure des grandeurs thermodynamiques PVT dans les liquides, solides ou mélanges.

En annexe, sont donnés les programmes de fonctionnement du circuit haute pression et du système de mesure des déplacements. Un petit lexique des mots de la micro-informatique utilisés dans ce mémoire parachève le manuscrit.

II. LE SYSTEME INFORMATIQUE

1. LE MICRO-ORDINATEUR : DEFINITION

Tout micro-ordinateur est bâti autour d'un micro-processeur. Un micro-ordinateur est un système à langage évolué (*BASIC*, PASCAL, ...), alors que le micro-processeur utilise un langage machine basé sur le système héxadécimal (0-1-2-...-9-A-B-C-D-E-F).

2. STRUCTURE D'UN MICRO-ORDINATEUR

Le système micro-ordinateur se compose d'un circuit microprocesseur *8 bits*, un cristal externe (quartz) ou un oscillateur permettant de synchroniser une horloge incorporée au micro-processeur, des circuits *mémoires* mortes (ROM Read Only Memory), des circuits mémoires vives (RAM Random Access Memory) et des circuits d'entrées-sorties (PIA Peripheral on Parallel Interface Adapter, VIA Versatile Interface Adapter, PIO, ...) (Figure 7).

L'unité centrale est reliée aux circuits mémoires et aux circuits d'entrées-sorties (E/S) par trois bus :

- un bus d'adresses unidirectionnel 16 bits permettant d'adresser *64 bits (65536 octets)* positions mémoires correspondant à 16 broches du microprocesseur,

- un bus de données bidirectionnel 8 bits assure le transfert de l'information entre le microprocesseur et les circuits mémoires ou les périphériques, ce qui nécessite 8 broches supplémentaires,

- un bus de contrôle de 10 lignes (broches) assure la synchronisation des échanges, la commande et le contrôle des différents circuits du système.

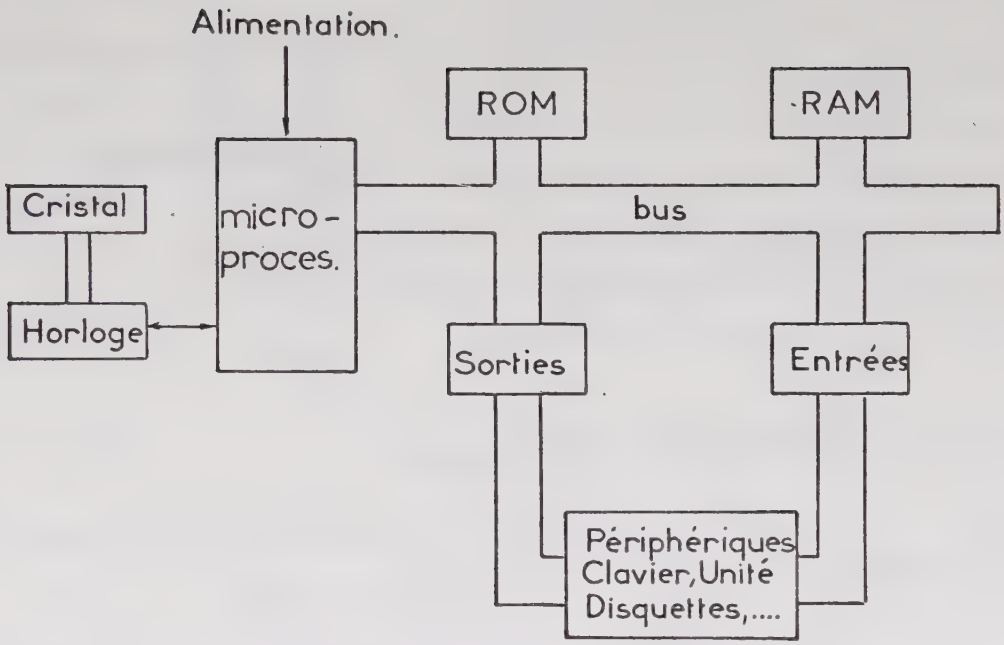


Figure 7. Synoptique d'un système microordinateur

En outre, le microprocesseur utilise une alimentation de +5 volts. Il s'agit pour notre système de mesures des grandeurs PVT d'utiliser à bon escient les différentes ressources du micro-ordinateur. Mais, auparavant donnons une brève description de l'unité centrale, des circuits mémoires et des circuits entrées-sorties du micro-ordinateur.

A. Unité centrale

Le micro-processeur constitue le composant essentiel de l'unité centrale ; il se présente sous la forme d'une plaquette de silicium *(Chip I.C)*, contenant des milliers de composants - résistances et transistors - interconnectés en des portes logiques. La Figure 8 illustre la structure des portes NON-OU (NOR) et NON-ET (NAND), circuits de base de l'électronique digitale.

B. Mémoires

Au microprocesseur, sont associées des mémoires accessibles à tout moment :

- Les mémoires vives situées au bas des 65536 positions possibles adressables doivent pouvoir être écrites et lues (RAM).

Les informations reçues par le microprocesseur sont des signaux électriques correspondant à des tensions de +5 volts par rapport à une tension nulle. Ces informations sont acheminées vers le microprocesseur en groupe de 8 bits grâce au bus de données.

- Lorsque l'information arrive au microprocesseur, celui-ci fait appel à des sous-programmes du *moniteur* situés dans des mémoires permanentes appelées ROM : elles se trouvent en haut de la carte mémoire du système ;

Encore faut-il rendre accessible ces mémoires à l'utilisateur, c'est le rôle des circuits périphériques

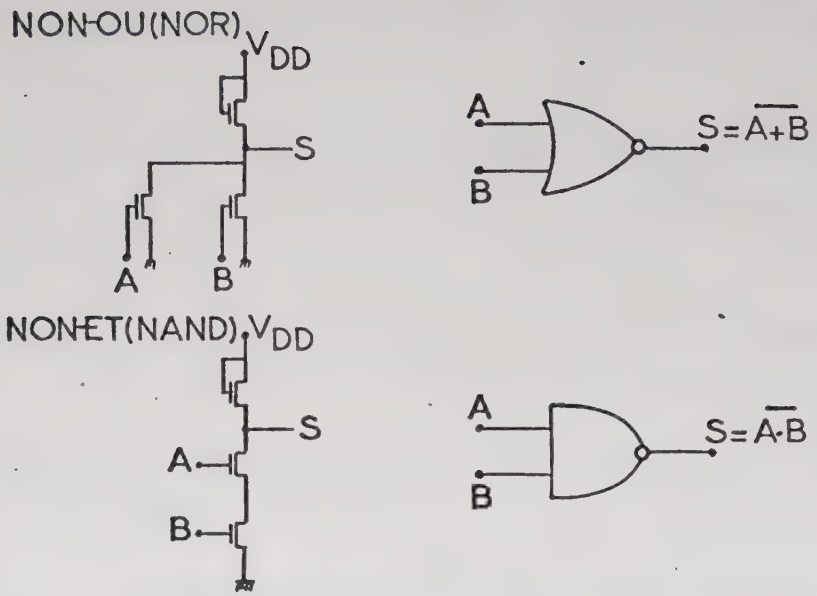


Figure8. Circuits des portes

A	B	A+B	$\overline{A+B}$
0	0	0	1
0	1	1	0
1	0	1	0
1	1	1	0

A	B	A·B	$\overline{A\cdot B}$
0	0	0	1
0	1	0	1
1	0	0	1
1	1	1	0

Tables de verité d'opérations NON-OU, NON-ET.

du système à microprocesseur (clavier, écran cathodique).

C. Circuits entrées-sorties

Les entrées désignent la saisie des données à partir des périphériques extérieurs, les sorties indiquent les transferts de données depuis le *processeur* vers les unités externes.

Pour communiquer avec les périphériques, le système à microprocesseur utilise des circuits spécialisés appelés PIA, VIA, PIO, CRTC, ...

Chacun des circuits périphériques est sélectionné à travers les lignes du bus d'adresse du microprocesseur.

Les deux principaux circuits d'interface parallèle pour périphériques sont :

- le PIA ou Interface d'adaptation programmable,
- le VIA ou Interface Adaptateur multi-fonctionnel.

Pour programmer ces deux types de circuits d'interface parallèle pour périphériques, il est indispensable de connaitre la structure de chaque boitier.

a) PIA

D'aspect semblable au boitier microprocesseur, le PIA permet l'échange des données avec les périphériques au moyen de deux ports bidirectionnels à 8 bits, appelés souvent *port A et port B* ; chaque port peut être programmé en entrée ou en sortie.

La synchronisation des échanges est assurée pour chaque port par deux lignes de contrôle (CA_1 resp. CA_2 et CB_1 resp. CB_2).

Le PIA dispose de 20 autres lignes (broches) dont deux servent à l'alimentation, les 18 restantes sont reliées au microprocesseur :

- 8 lignes au bus de données (DØ-7),
- 5 lignes au bus d'adresse (RSØ, RS1, CSØ, CS1, $\overline{CS2}$),
- 5 lignes au bus de commande (E, R/$\overline{W}$, $\overline{RES}$, $\overline{IRQA}$, $\overline{IRQB}$).

Quant à la structure interne du boitier PIA, celui-ci se compose de 6 *registres* ; pour chaque port, on trouve trois registres :

- un registre de données A (resp. ORB Output Register B) pouvant à la demande transmettre les données à un périphérique ou au contraire, les recevoir ;

- un registre de sens de transfert des données A (resp. DDRB Data Direction Register B) donnant le sens de fonctionnement des lignes extérieures aboutissant au registre des données.

L'écriture d'un "0" fixe la ligne en entrée, un "1" définit la ligne en sortie.

- un registre de contrôle A (resp. CRB Control Register B) où chacun des 8 bits joue un rôle bien déterminé (annexe 1).

L'adressage direct des six (6) registres nécessite au moins trois lignes ; or, on dispose uniquement de deux lignes d'adressage : RSØ et RS1 ; ces deux lignes servent à adresser les registres de contrôle A et B.

L'astuce trouvée est d'adresser les quatre (4) autres registres (ORA, ORB, DDRA, DDRB) en fonction de la valeur du bit n° 2 du registre de contrôle suivant le Tableau 1 (voir ci-après).

RSØ	RS1	CRA_2	CRB_2	Registre choisi
0	0	1	-	ORA
0	0	0	-	DDRA
1	0	-	-	CRA
0	1	-	1	ORB
0	1	-	0	DDRB
1	1	-	-	CRB

TABLEAU 1

b) VIA

Le VIA est un PIA perfectionné ; le boitier d'interface adaptateur à multi-fonctions permet d'accéder au moyen de 8 lignes bidirectionnelles aux périphériques non-intelligents (moteur, lampe, vanne, ...). Seize (16) registres internes adressables constituent le boitier VIA ; on trouve notamment deux temporisateurs programmables. Ces deux registres appelés aussi "timers" permettent une temporisation programmable de l'appareil relié au port parallèle utilisateur indépendamment du microprocesseur (toutefois, le timer est synchronisé à la période de l'horloge du micro-ordinateur).

Alors que toute temporisation programmée sur un PIA utilise directement la base de temps du microprocesseur : il ne peut y avoir d'autre tâche exécutable simultanément.

3. PERIPHERIQUES DU MICRO-ORDINATEUR

L'unité centrale est le coeur du système informatique ; elle effectue les calculs, manipule les informations et commande les périphériques du micro-ordinateur.

Pour accéder aux différents organes périphériques du système micro-ordinateur, celui-ci dispose d'un certain nombre de circuits spécialisés d'entrées-sorties.

Le système informatique n'est donc complet que si l'utilisateur dispose d'un clavier permettant l'entrée de caractèresalphanumériques, un écran vidéo pour écrire et lire les différentes instructions tapées au clavier.

Le logiciel écrit dans les mémoires vives du micro-ordinateur peut être stocké sur des supports (disquette, cassette).

On rencontre deux types d'unité d'enregistrement :

- l'unité à disquette,
- l'unité à cassette.

Ces deux unités servent au stockage et à la récupération des informations sous le contrôle d'un programme.

De plus, le système informatique doit comporter une imprimante, autre élément nécessaire pour sortir les différentes informations sur papier.

L'unité centrale associée à ces différents appareils (clavier, écran vidéo, unité de stockage, imprimante) constituent l'ensemble du système informatique.

4. CONFIGURATION INFORMATIQUE

Afin de raccorder les différents appareils pour la mesure des grandeurs thermodynamiques PVT à une unité centrale de l'ordinateur, nous nous trouvons confrontés à un problème de choix d'une configuration informatique.

Plus précisement, quel système informatique choisir ?

La liaison des appareils d'un système de mesures à l'unité centrale de l'ordinateur pose des problèmes de

choix de stratégie pour la conception et l'utilisation d'interfaces.

Trois caractéristiques définissent une interface :

- électrique (circuits et composants),
- logique (protocole d'échanges),
- mécanique (cable de liaison).

A. Normes d'interfaces

Il existe deux types de normes d'interfaces :

1) Les normes internes propres aux constructeurs (l'utilisateur fabrique ses propres périphériques adaptés à l'unité centrale).

2) Les normes standards (l'utilisation d'appareils de commerce adaptés directement à l'unité centrale).

Pour communiquer avec l'environnement extérieur, l'unité centrale de l'ordinateur munie d'interfaces échange les informations suivant deux modes principaux :

- le mode série,
- le mode parallèle.

a) Interfaces spécialisées

- Série : sont utilisées pour relier des terminaux au système à microprocesseur.

Les informations sont émises séquentiellement dans le temps grâce à deux lignes : l'une pour l'émission, l'autre pour la réception.

La transmission des bits se fait l'un à la suite de l'autre, jusqu'au huitième et pour chaque octet, on doit signaler le début et la fin.

Cependant, la communication entre l'unité centrale et l'organe périphérique via l'interface n'est effective que si on règle la vitesse de transmission (nombre de *bauds*) ainsi que d'autres paramètres de contrôle.

L'interface série la plus répandue est la RS232C (ou V24 selon la norme définie par les constructeurs) ; elle est utilisée pour la transmissions sur des lignes téléphoniques ainsi que pour certaines liaisons locales du système informatique (écran cathodique, imprimante, ...).

- Parallèle : sont utilisées pour les communications d'un instrument à l'autre à vitesse élevée.

La transmission des bits se fait sur 8 lignes en parallèle : une pour chaque bit.

L'interface parallèle présente donc l'avantage d'une vitesse de transmission plus grande que pour l'interface série.

Cependant, pour connecter plus d'un appareil sur une même voie de communication, les interfaces spécialisées (série ou parallèle) en sont incapables pour transmettre les différentes informations à plusieurs appareils à la fois.

C'est pour répondre à ce besoin que les constructeurs ont créé les interfaces de type bus.

b) Interfaces type bus

Le terme bus ne s'applique donc que pour des interfaces permettant le transfert d'informations à plus d'un appareil sur une même voie de communication (voie commune).

Parmi la grande variété d'interfaces type bus, deux interfaces ont été conçues pour répondre aux besoins de l'instrumentation : ce sont le bus interface CAMAC (ou IEEE 583) et le bus interface IEEE 488 (appelé aussi GPIB ou CEI 625).

L'interface CAMAC (Computer Automated Measurement And Control standard) a été conçu pour l'industrie nucléaire. Le standard CAMAC couvre aussi bien le domaine d'équipement (châssis, fond de panier, alimentations) que le système de communication.

Le nombre de lignes (67) assez important du bus permet de transférer jusqu'à 24 millions de bits par seconde ; il peut y avoir jusqu'à 24 périphériques à distance donnée.

Ce standard très utile dans les applications nucléaires ne convient pas à l'usage d'appareils de mesure se trouvant dans les laboratoires types chimie physique des matériaux amorphes.

Quant au bus IEEE 488 destiné à relier divers appareils entre eux, il a été conçu pour la saisie des données provenant d'appareils de mesure (voltmètre, capteurs, générateur de fréquence, ...) et le traitement à l'aide d'un ordinateur.

L'échange d'informations est soumis à une discipline stricte grâce à des signaux de dialogue et la vitesse de transmission est réglée automatiquement sur l'appareil le plus lent (elle peut atteindre jusqu'à 1 Mégabauds).

Toutefois, il existe certaines restrictions lorsqu'on relie les appareils au bus :

- Le nombre maximum d'appareils est limité à quinze.

- La longueur maximale du cable utilisé pour la connexion des appareils sur le bus ne doit pas excéder 5 mètres, et la somme des longueurs de cable utilisées sur l'ensemble du bus ne doit pas dépasser 20 mètres.

Ces deux contraintes n'ont pas empêché le développement de ce bus puisque de plus en plus de constructeurs frabriquent des appareils compatibles à la norme IEEE 488.

III. CHOIX DE LA CONFIGURATION INFORMATIQUE

1. QUELS SONT NOS BESOINS ?

Il est tout à fait clair que le système informatique retenu doit répondre essentiellement à deux questions :

1) Est-ce que le système informatique permet la transformation du groupe générateur de pression manuelle en un groupe commandé par micro-ordinateur ?

2) Peut-on traiter les grandeurs analogiques délivrées par les appareils de mesure pression, déplacement, température par micro-ordinateur ?

Cette deuxième question a un sens, dans la mesure où les grandeurs thermodynamiques de notre système sont représentées en analogiques alors que le microprocesseur utilise un langage binaire (grandeur digitale).

De la description du système informatique, nous pouvons déjà envisager une configuration comportant une interface type bus afin de transmettre les informations entre plusieurs appareils sur une même voie de communication ; comme il est de plus en plus courant de trouver des appareils de laboratoire munis d'interface IEEE 488 dans le commerce, nous prenons donc option pour ce standard de bus parallèle.

A cela, le système informatique choisi doit répondre aux besoins formulés dans le début de ce paragraphe.

Au premier point concernant la robotisation du circuit haute pression composé d'un système générateur de pression et d'un ensemble régulant l'écoulement du fluide porteur de pression, tous deux appareils récepteurs, nous envisageons une liaison à l'unité centrale de l'ordinateur à travers une interface spécialisée parallèle.

Une liaison en série demande autant d'interfaces séries que de périphériques.

Quant à la saisie et conversion des grandeurs analogiques en numériques (deuxième point), il faut prévoir une interface à collecte de données analogiques pouvant être reliée au bus du microprocesseur.

Quel est donc le système informatique qui réunit ces différentes ressources pour une bonne utilisation dans notre système expérimental de mesures ?

2. LE SYSTEME RETENU

Du fait d'une "informatique" répartie (instrumentation, application industrielle, bureau d'étude, ...), le CBM 8001 [21] a été retenu pour commander et gérer notre système de mesures.

Ce système comprend :

- une unité centrale CBM 8032,
- une unité à double disquettes CBM 8050,
- une imprimante CBM 4022.

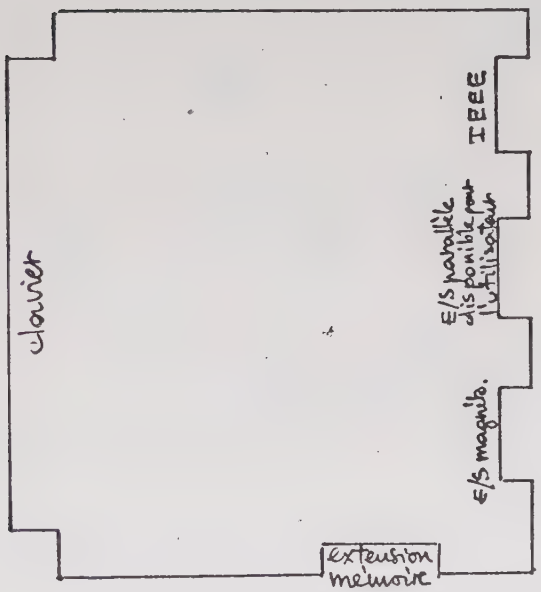
L'unité centrale (écran 80 colonnes, mémoire vive 32 K ce qui explique la numérotation 8032) est bâtie autour du microprocesseur 6502 de MOS Technology (Technologie Metal Oxyde Semiconductor) (Figure 9).

Le micro-ordinateur utilise un langage évolué Basic étendu (12 K) et un langage machine dont l'accès se fait par Basic.

Pour relier le micro-ordinateur au monde extérieur, l'utilisateur dispose de 5 connecteurs :

1) Un connecteur 2 x 25 contacts sert à toute extension mémoire ou entrées-sorties (signaux de sélection décodés en blocs de 4 K) ;

figure 9. le Système CBM (Unité Centrale) à travers les circuits E/S.



2) Un connecteur pour le deuxième magnétophone dont l'enregistrement de fichiers se fait sur bande ;

3) Un connecteur pour le premier magnétophone, la présence d'une ligne +5 volts dans le brochage du connecteur peut servir d'alimentation extérieure au cas où le magnétophone n'est par relié ;

4) Un connecteur "utilisateur" comportant notamment huit lignes parallèles d'entrées-sorties bi-directionnelles programmables ;

5) Un connecteur fournit le bus standard IEEE 488 permettant la liaison de tout appareil d'instrumentation conforme à ce standard.

C'est sur ce bus que nous avons relié entre autres périphériques l'imprimante à aiguilles (4022) et l'unité à double disquettes (8050).

Le système CBM est défini donc par l'emploi du bus IEEE 488 et les périphériques "intelligents" reliés entre eux par ce bus.

En outre, le port parallèle utilisateur permet la liaison d'appareils à fonctionnement "tout ou rien" et le bus d'extension mémoire autorise la liaison d'un circuit mémoire 4 K.

3. ETUDE DU BUS IEEE 488

A. Normes

Trois sortes d'appareils peuvent être reliés au bus :

- Ecouteur (Listener) : autant d'appareils qu'on veut, peuvent simultanément recevoir les données du bus (ex : imprimante) ;

- Parleur (Talker) : à un moment donné, un seul appareil est autorisé à émettre des données sur le bus (ex : unité à disquettes) ;

- Contrôleur (Controller) : un tel instrument gère les communications sur le bus IEEE, il adresse et envoie les signaux de contrôle.

Dans notre système informatique, le CBM 8032 est le seul contrôleur autorisé sur le bus.

Tous les appareils avec lesquels le contrôleur communique sur le bus IEEE portent un numéro allant de 0 à 30.

La logique informatique utilise des signaux *TTL* actifs à l'état bas :

- état bas 1 0 < V < 0,4 (niveau bas en tension),
- état haut 0 2,4 < V < 5 (niveau haut en tension).

B. Structure du bus IEEE 488

Le bus IEEE 488 se compose de 24 lignes dont 16 sont actives, les huit (8) restantes représentent les masses des lignes de contrôle.

Huit lignes de données bi-directionnelles (DØ-7) et huit lignes de contrôle (NRFD, NDAC, DAV, ATN, EOI, IFC, SRQ, REN) constituent les lignes actives. Les données sont transmises dans le code *ASCII* sur 7 bits et le huitième sert de contrôle de partié.

Le taux maximum est de 1 Mégabauds mais la vitesse de transmission est déterminée par l'appareil le plus lent.

Les lignes de données sont "multiplexées," ce qui permet de les utiliser aussi pour l'adressage d'appareils.

a) Mode d'adressage

Pour adresser un appareil, le contrôleur met tout d'abord la ligne ATN (Attention) au niveau bas et envoie un caractère sur le bus de données : les lignes DØ, D1, D2, D3 et D4 définissent l'adresse proprement dite de l'appareil et les lignes D5, D6 servent à définir l'état futur de l'appareil (Emetteur ou Récepteur) suivant le Tableau 2 :

D5	D6	Etat
0	0	ignoré
0	1	emetteur
1	0	récepteur
1	1	ignoré

TABLEAU 2

La procédure d'adressage prend fin lorsque la ligne ATN est au niveau haut.

Pour désadresser un récepteur, le contrôleur envoie le caractère ASCII (0111111) ou 3F en hexadécimal.

Pour désadresser un emetteur, le contrôleur envoie (1011111) ou 5F mais l'adresse transmetteur de tout autre appareil suffit à le désadresser ; il est donc impossible d'avoir simultanément deux (2) emetteurs sur le bus.

b) Transfert d'informations

Lorsque ATN est haut, les informations sur le bus peuvent être des commandes du contrôleur à un écouteur ou des données de parleur à écouteur.

La transmission des données ou des commandes est soumise à la discipline des trois lignes :

- NRFD (Not Ready For Data) pas prêt pour recevoir,
- NDAC (Not Data Accepted) l'information n'est pas acceptée,

- DAV (DAta Valid) donnée ou commande sur le bus.

Il faut retenir que la particularité du bus IEEE est la fonction "poignée de main" réalisée grâce à ces trois lignes (NRFD, NDAC, DAV).

C'est le parleur qui emet le signal, alors que les signaux NRFD et NDAC émanent des écouteurs.

c) Synchronisation des échanges

La procédure de synchronisation des échanges est résumée sur la Figure 10.

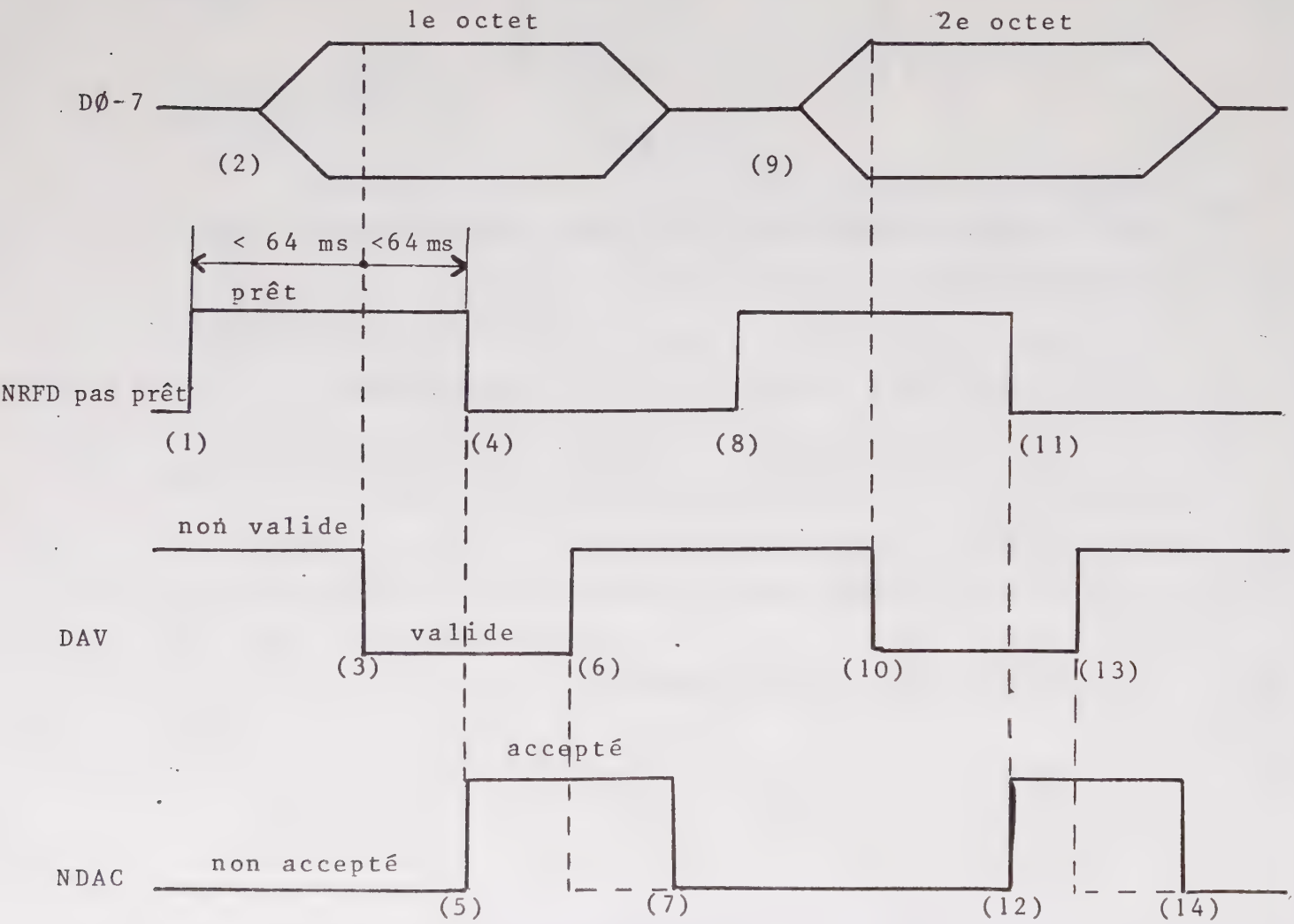


FIGURE 10

La fonction essentielle de la procédure des échanges est d'assurer que :

1 - tous les écouteurs sont prêts à accepter les données,

2 - il y a des données valides sur le bus,

3 - les données ont été acceptées par les écouteurs.

Cependant, la procédure de synchronisation des échanges s'arrête quand les limites de temps sont dépassées, en particulier :

- le contrôleur exige que NDAC monte moins de 64 ms après qu'il ait monté NRFD, quand il agit comme parleur ;

- quand le contrôleur agit en tant qu'écouteur, il demande que DAV passe à l'état bas moins de 64 ms après qu'il ait monté NRFD.

L'anomalie est signalée grâce au mot d'état ST (Status Word) : ex : ST = 2, réponse trop tardive du parleur.

d) Lignes de contrôle

Les 5 lignes de contrôle servent à envoyer des commandes aux appareils et à contrôler l'état du bus de données ; on trouve :

- ATN (Attention) utilisée uniquement par le contrôleur, adresse et désadresse les appareils,

- EOI (End Of Identify) indique la fin d'un message,

- IFC (InterFace Clear) représente le reset général du bus,

- SRQ (Service ReQuest) demande de service d'un appareil auprès du contrôleur,

- REN (Remote ENable) reliée à la masse.

4. PERIPHERIQUES INTELLIGENTS [22]

L'utilisation du bus IEEE 488 permet la gestion d'appareils répondant à cette norme ; pour qu'un appareil obéisse à cette norme, il faut qu'il ait assimilé le protocole d'échanges d'informations (particulièrement la technique de "poignée de main") en se comportant soit comme écouteur, soit comme parleur ou les deux à la fois.

Ceci peut être réalisé par logique cablée mais aussi en incorporant à l'appareil un microprocesseur, ce qui fait l'appeler "périphérique intelligent" : l'appareil exécute certaines tâches indépendamment de l'unité centrale de l'ordinateur.

Dans le système CBM (Commodore), l'imprimante et l'unité à double disquettes sont deux périphériques intelligents.

L'imprimante ne fait pas uniquement de l'impression, elle effectue aussi la mise en forme de l'impression, le changement de lignes, l'espacement entre lignes, le nombre de lignes par page, ... grâce à certaines adresses secondaires lors de l'exécution de l'instruction d'ouverture du fichier de l'imprimante suivie de la fonction (instruction) d'impression.

```
Ex : OPEN 1,4,3        1 : numéro de fichier logique
     PRINT # 1,10      4 : numéro du périphérique
                       3 : adresse secondaire spécifie le nombre de lignes
                           par page.
```

Quant à l'unité à double disquettes, à elle seule, permet une autonomie presque totale grâce au système d'exploitation de disquettes résidant à l'intérieur de ce périphérique (16 K octets ROM) ; elle ne demande aucune place dans la mémoire de l'ordinateur (4 K octets de mémoire RAM).

La capacité de stockage d'informations par disquette est de 533 248 octets (1 MégaOctets pour les deux disquettes).

Grâce aux deux microprocesseurs, au système d'exploitation du disque (DOS Disk Operating System) et à l'espace disponible de la mémoire vive, ce périphérique intelligent se prend entièrement à charge à partir de l'instant où il reçoit les commandes à travers l'unité centrale de l'ordinateur (enregistrement de fichiers, lecture, écriture, ...).

En résumé, l'utilisation de périphériques intelligents permet un gain de place de mémoire, une décentralisation de l'intelligence de l'unité centrale et une répartition équitable des tâches dans le temps.

Nous venons de donner les différentes raisons qui nous ont poussées à choisir ce système ; quelles sont nos attentes ?

De ce choix, nous nous attendons à une amélioration de la précision des mesures, du fait d'un plus grand nombre de points expérimentaux obtenus dans des meilleurs conditions d'équilibre thermodynamique, à une exécution automatique plus rapide et plus efficace des différentes tâches que comporte le système de mesure des grandeurs thermodynamiques pression, volume, température dans des fluides purs ou des mélanges de fluides.

Enfin, l'élimination des erreurs induites par l'expérimentateur doit apporter beaucoup à l'autocohérence des résultats.

Après avoir donné les raisons et motivations du choix de ce système, nous passons maintenant à l'étude de la construction de l'appareil automatique en s'attaquant successivement à la robotisation du circuit haute pression, l'automatisation du système de mesure des déplacements et l'acquisition des données analogiques pression, déplacement et température.

IV. L'APPAREIL AUTOMATIQUE POUR LA MESURE DES GRANDEURS PVT

1. INTRODUCTION

Le schéma descriptif de l'ensemble de la mesure des grandeurs pression, déplacement, température d'un fluide pur est représenté sur la Figure 11.

La cellule de mesure enfermée dans un caisson thermostaté est reliée à l'extérieur par des tubes haute pression.

La pression engendrée par le système motoréducteur et pompe est contrôlée par une vanne pneumatique haute pression, commandée elle-même par une électrovanne à air.

Les déformations de l'échantillon dues aux variations de la pression et de la température, sont détectées et calculées grâce au système de mesure des déplacements (capteurs, tables micrométriques).

La description de l'appareil automatique va porter sur chaque bloc de mesure associé à sa grandeur thermodynamique.

2. CIRCUIT HAUTE PRESSION (Figure 12)

Dans notre système de mesures, l'utilisation du circuit haute pression commandé par le système à microprocesseur doit engendrer une pression, la transmettre à la cellule de mesure, isoler la partie de mesure de la partie génératrice de pression, détendre la pompe afin d'éliminer toute contrainte due à une forte compression.

Comment s'y est-on pris dans l'étude du cicruit haute pression, pour que celui-ci soit directement commandé par le micro-ordinateur ?

LEGENDE DE LA FIGURE 11

1 Soufflet métallique

2 Point fixe

3 Autoclave

4 Caisson thermostaté

5 Tige métallique

6 Tube haute pression

7 Tête magnétique

8 Capteur de déplacement (mesure)

9 Vanne

10 Capteur de pression (p_2)

11 Support de table micrométrique

12 Table micrométrique

13 Vanne à commande pneumatique

14 Vanne électromagnétique

15 Pompe à pression

16 Motoréducteur

17 Réservoir de fluide porteur

18 Table optique

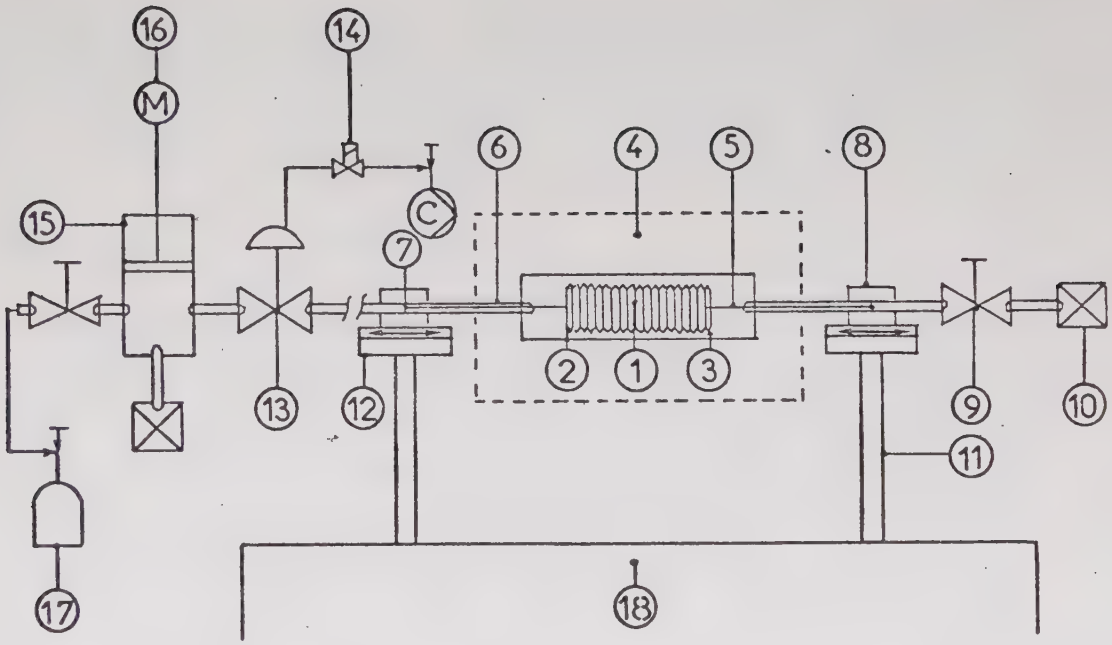


Figure 11. Dispositif d'ensemble pour la mesure des densités de fluide.

A. Système générateur de pression

La pompe manuelle à l'aide de son système à trois leviers demande des efforts progressifs pour atteindre les pressions élevées (400 MPa).

Nous devons substituer l'intervention directe de l'expérimentateur sur la pompe, par un système générateur de pression piloté directement par le micro-ordinateur.

De plus, notre système de mesures exige de l'ensemble générateur de pression une forte puissance (couple 5 m.kg), un double sens de marche et une vitesse de sortie très faible (1 tour par minute).

Pourquoi ces conditions ?

L'ensemble générateur de pression doit être puissant afin d'atteindre les plus hautes pressions admises par la pompe, doit posséder un double sens de rotation pour vérifier la bonne reproductibilité des points expérimentaux d'une isotherme et garder une bonne étanchéité à la pompe ; enfin l'isotherme doit être parcourue à des pas de pression contrôlée, ce qui nécessite une vitesse de sortie très faible du système générateur de pression.

Ces différents caractères nous ont amené à penser à l'acquisition d'un moteur pas à pas. Hélas, ce genre d'appareils éléctriques n'associe pas couple utile très fort et vitesse de sortie très faible.

La solution qui reste se trouve dans l'utilisation d'un moteur continu. Une fois de plus, les difficultés de compatibilité d'un système à couple utile élevé et vitesse de sortie très faible sont apparues.

Néanmoins, la solution adoptée fut apportée au prix d'un certain encombrement du moteur (deux étages à réduction).

La chaîne cinématique étant :

- un moteur électrique 1/4 CV - 1000 t/mm - 380 volts,
- un réducteur à vis de rapport 1/15,
- un autre réducteur à vis de rapport 1/60.

Le moteur électrique de couple utile 5 m.kg fournit à la sortie une vitesse de un tour par minute (exactement 10/9 t/mm).

Cependant, l'utilisation du motoréducteur pour une montée ou une descente en pression révèle que le couple résistant peut devenir très important pour bloquèr le moteur ; ceci peut provoquer la destruction de la pompe à pression reliée à l'axe du motoréducteur à l'aide d'un accouplement élastique.

Pour éviter au moteur ces effets de blocage, nous l'avons équipé d'un entrainement à limiteur de couple permettant de régler le couple que peut transmettre l'arbre lent du motoréducteur à celui de la pompe. Si le couple résistant devient trop grand ou qu'il y ait blocage, l'arbre moteur continue à tourner tandis que la vis de la pompe est immobilisée ; dès que le couple résistant diminue, le mouvement reprend.

En dernier, nous veillons à ce que le moteur soit alimenté par commande temporisée afin d'éviter au mouvement de friction de durer trop longtemps.

Une fois que la pression a été développée par l'ensemble motoréducteur-pompe, il faut régler ensuite l'écoulement du fluide. Le circuit est donc complété par une vanne haute pression à commande pneumatique ouvrant sous une pression d'air de 5 bar .

A cet effet, nous nous sommes équipés d'un compresseur sur cuve Pioneer-Air qui constitue la source d'air, et une vanne électromagnétique permettant l'ouverture de la vanne haute pression.

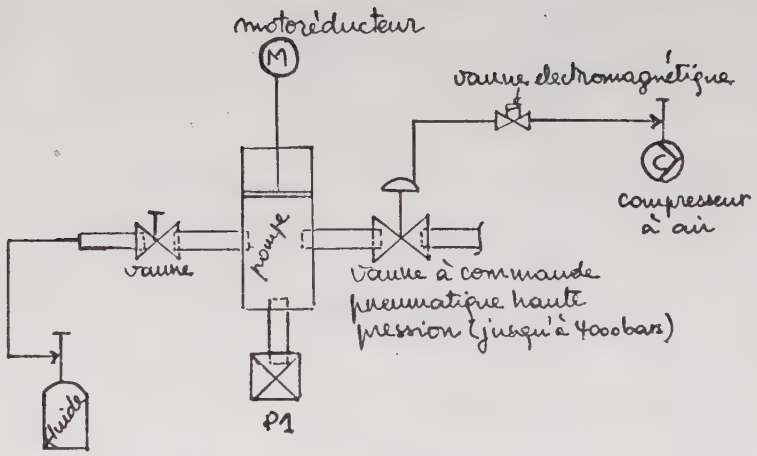


figure 12. Circuit haute pression commandé par micro-ordinateur.

Nous passons maintenant à l'étape de la liaison du circuit haute pression à l'unité centrale du micro-ordinateur.

Les deux appareils électriques (moteur et électro-vanne) du circuit haute pression ne sont dotés d'aucune interface compatible directement avec les circuits périphériques d'entrées-sorties du micro-ordinateur.

Toutefois, l'utilisateur dispose de huit entrées-sorties programmables du port parallèle du VIA ; seulement, le VIA délivre un signal TTL de courant 2,4 mA (tension à 5,00 volts) alors que le moteur et l'électrovanne consomment respectivement 184 watts et 22 watts.

Pour concilier faible puissance du micro-ordinateur à travers le VIA et forte puissance d'appareils électriques, nous devons fabriquer des interfaces de puissance ; la commande d'appareils électriques se fait donc au moyen du VIA (Figure 13).

B. Réalisation d'interfaces

a) Interface du moteur

Le schéma électrique de l'interface du moteur est représenté sur la Figure 14.

Le moteur électrique est alimenté en triphasé étoile.

Le sens de rotation du motoréducteur est commandé par relais : le changement de sens se fait par inversion de deux phases.

L'alimentation des relais marche/arrêt et inverseur est assurée par une tension continue (+12 volts), réalisée à partir de la source alternative (220 volts) entre phase et neutre du secteur.

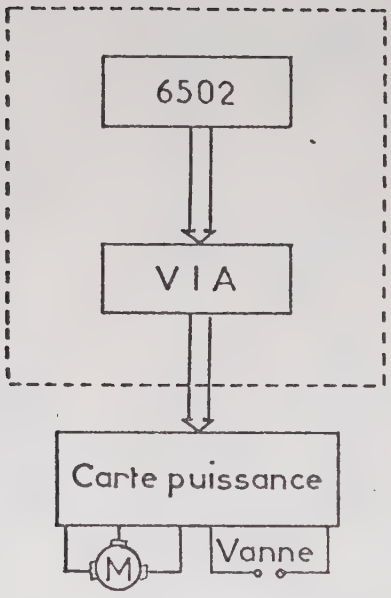


Figure 13. Schema descriptif d'interface pour microordinateur

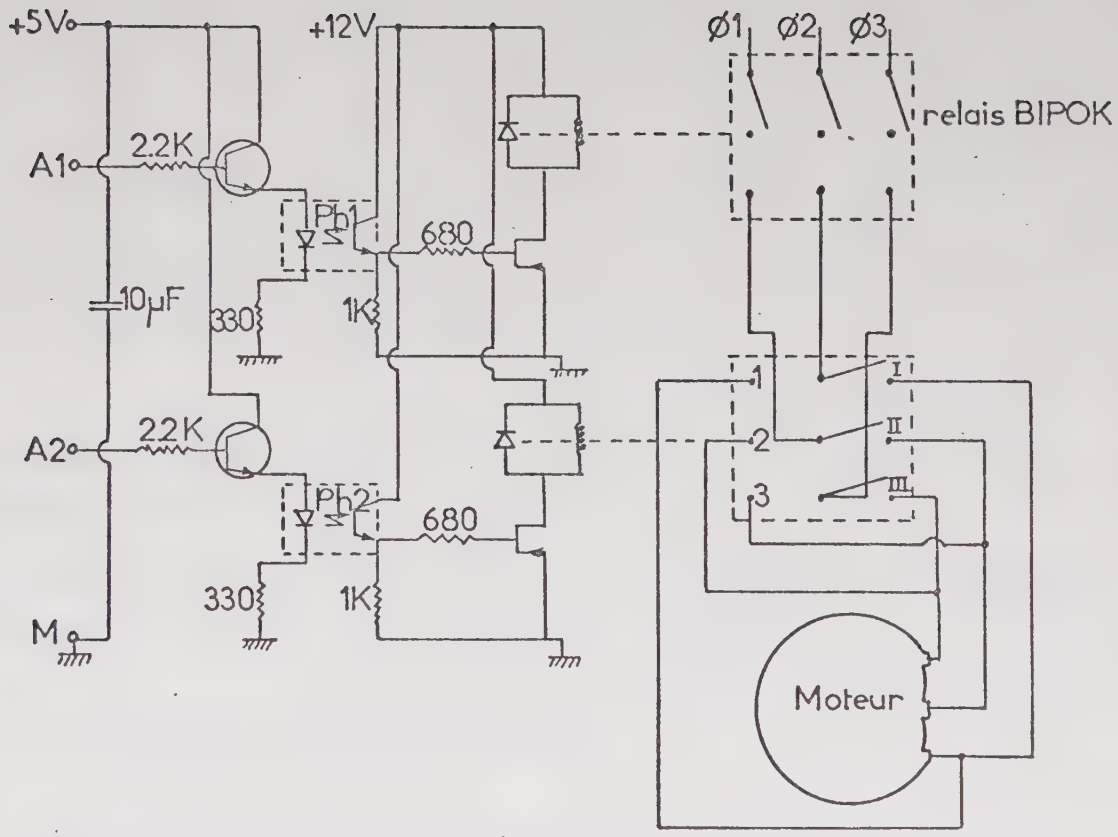


Figure 14. Scéma électrique d'interface du moteur

Chaque relais est commandé par transistor VMOS (Vertical MOS) dont la particularité est de fournir plusieurs ampères lorsqu'on lui applique une tension comprise entre +5 volts et +30 volts (le courant de base du VMOS est de l'ordre du nanoampère).

L'étage d'amplification est alimenté (+5 volts) à partir de la broche (B) du connecteur du magnétophone n° 1 du micro-ordinateur.

Une capacité (10 µF) entre broche B (+5 volts) et masse constitue une réserve de puissance pour l'étage amplificateur.

L'utilisation des photo-coupleurs permet l'élimination de parasites intenses dus au bobinage du moteur (les masses électriques d'interface et du port parallèle utilisateur du micro-ordinateur sont séparées).

Les lignes A1 et A2 du connecteur du port utilisateur sont munies de résistances de protection des circuits logiques contre toute surcharge accidentelle.

Enfin, le boitier d'interface de puissance est équipé à l'avant d'un interrupteur manuel de sécurité.

b) Interface de l'électrovanne

Le schéma électrique de l'interface de l'électrovanne à air est représenté sur la Figure 15.

L'ouverture sous tension de la vanne électromagnétique se fait par commande du relais POK.

Le transistor (2N2222) pour amplification est alimenté (+5 volts) grâce à la même ligne (broche) B du connecteur du magnétophone n° 1 que pour l'interface du moteur.

La commande du relais qui actionne l'ouverture de la vanne haute pression se fait à travers la ligne A0 du port utilisateur.

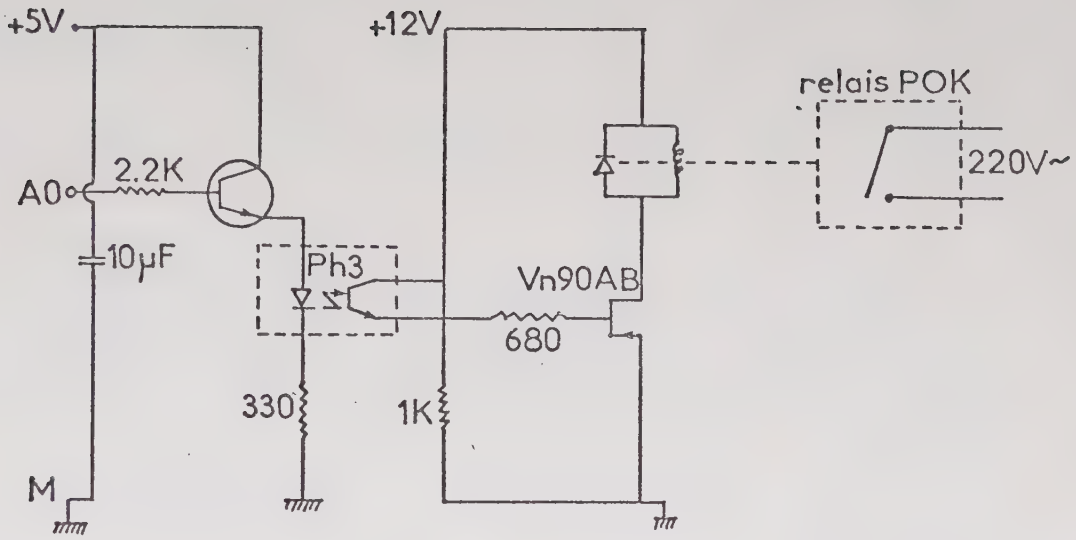


Figure15. Shéma électrique d'interface de vanne électromagnétique.

C. Commande du circuit haute pression

Le circuit haute pression fonctionne au moyen du VIA 6522 ; la commande du générateur de pression (moteur, pompe) se fait à travers les deux lignes A1 et A2 du connecteur du port utilisateur et le système vanne pneumatique-électrovanne à air utilise la ligne A0.

A chacune des huit lignes programmables du port utilisateur est associé directement un registre de sens de transfert des données (DDR) et un registre des données en entrées-sorties (I/O).

Une ligne est fixée en entrée quand le bit correspondant du DDR est à "0" et en sortie lorsque ce bit est à "1".

La programmation qui fige une ligne en entrée ou en sortie se fait au début en écrivant dans le registre DDRA (ou DDRB) à l'adresse correspondante, un nombre contenant des zéros pour les entrées et des uns pour les sorties.

Exemple : commande Basic du VIA	Rep. binaire	Effet
POKE AB + 3,254	11111110	A0 en entrée A1-A7 en sorties

AB représente l'adresse de base du VIA (ici, AB = 59456 ou $E840 en hexa.).

La mise en marche du relais représentant l'écoulement d'air dans l'électrovanne se fait un écrivant un "1" dans le bit de poids zéro du registre d'adresse AB + 15, soit :

POKE AB + 15,1 00000001

Pour le fonctionnement du générateur de pression, le principe de commande en mode Basic est défini de la même manière par des instructions POKE, à condition de mettre les chiffres "1" et "0" dans les bits correspondant aux lignes A1 et A2 du système.

Néanmoins, pour atténuer les effets de friction de l'ensemble générateur de pression et pour coordonner les mouvements du générateur de pression au système de vannes, il est nécessaire d'envoyer des commandes (signaux) à durée précise.

Les délais sont réalisés à l'aide de deux temporisateurs du VIA, dont les registres de travail se situent en AB + 4 et AB + 5 pour le premier, en AB + 8 et AB + 9 pour le second ; AB constitue toujours l'adresse de base du VIA.

A ce point, il est plus intéressant d'utiliser le langage machine, de plus, on y gagne en vitesse d'exécution. Il ne faut pas oublier que le microprocesseur ne parle qu'en langage machine.

Bien entendu, le programme est écrit en assembleur symbolique et l'assembleur 8000 résidant sur disquette le traduit en langage machine.

On change l'un des deux temporisateurs avec une valeur qui fixe le délai (compris entre 1 µs et 65535 µs), le temporisateur décrémente suivant la période de l'horloge du microprocesseur.

Quand le temporisateur aura décrémenté jusqu'à "0" (délai écoulé), l'indicateur d'interruption (bit 6 pour le premier temporisateur, bit 5 pour le deuxième temporisateur) du registre interne d'adresse AB + 13 se met à "1".

On obtient un délai plus long en bouclant un certain nombre de fois ce même délai.

L'ouverture de la vanne haute pression se fait aussi par commande temporisée, pendant laquel la pression développée au niveau de la pompe est transmise à la cellule de mesure.

Une fois que la pression p_1 définie a été atteinte, on ferme la vanne et on procède à la décompression jusqu'à p_o afin de garder une bonne étanchéïté à la pompe.

La pression p_2 est contrôlée (lue) en amont du soufflet par le même type de capteur qu'en aval.
(Voir programmation en annexe 2).

3. SYSTEME DE MESURE DES DEPLACEMENTS

Nous rappelons que la mesure du volume de l'échantillon dans notre système est ramenée à une mesure des déplacements du soufflet dont la section efficace est constante.

A. Définition de la mesure

Soumis à pression p et à température T, l'échantillon enfermé dans le soufflet subit des déplacements ℓ_1 et ℓ_2 ; ℓ_1 correspond au déplacement de la tige reliée à l'extrémité "fixe" du soufflet et ℓ_2 représente le déplacement de l'extrémité libre (en amont).

Le moindre déplacement est détecté par un capteur de type transformateur différentiel et le sens de déplacement est indiqué par l'appareil Schlumberger. Quand le système échantillon-soufflet atteint son équilibre (pression et déplacement ne varient plus), le déplacement de chaque extrémité de tige est calculé par comptage du nombre de pas de la table micrométrique pour ramener le capteur (détecteur) au zéro électrique.

Les déplacements réels de chaque extrémité du soufflet soumis aux grandeurs pression et température sont donnés par l'indexeur-translateur, lorsque le conditionneur Schlumberger affiche zéro.

B. Unité de commande des déplacements

Notre système expérimental étant basé sur des mesures de déplacements de l'échantillon, il nous est apparu très utile de donner de "l'intelligence" à l'unité de mesure des déplacements effectués par les tables micrométriques.

Le résultat de cet effort est une indépendance partielle de l'indexeur translateur sur deux axes vis à vis de l'unité centrale de l'ordinateur.

Rendu intelligent, ce périphérique ne se limite plus à exécuter simplement les ordres reçus de l'unité centrale, mais il réfléchit et utilise ses propres ressources pour donner une mesure exacte de déplacements.

Périphérique intelligent, l'unité de commande des déplacements est programmée directement en mode Basic à travers le bus IEEE 488 (annexe 3).

Cet appareil commande des tables micrométriques dont le pas est de 0,1 µm.

Si le programme de mesure des déplacements (commande) est écrit en Basic, il ne faut pas oublier que le microprocesseur ne comprend que le langage machine ; le programme Basic est donc traduit (interpréteur Basic du système CBM) en blocs de caractère ASCII et le déplacement est exécuté dans ce mode là.

Il est intéressant pour l'utilisateur de comprendre comment s'établit le dialogue entre le micro-ordinateur et ce périphérique intelligent à travers le bus IEEE 488.

L'unité de commande des déplacements fonctionne aussi bien en écouteur (commande d'un déplacement) qu'en parleur (lecture d'un déplacement).

a) Commande d'un déplacement (Tableau 3)

Dans ce cas l'indexeur se comporte en écouteur, et il doit exécuter l'ordre de commande de déplacement donné par le contrôleur qui agit donc en parleur.

Pour cela, nous allons dresser un tableau qui décrit les différentes marches (pas) entre le début du message où le contrôleur (micro-ordinateur) s'adresse à l'indexeur pour lui spécifier la commande et la fin du message où toutes les données et commandes ont été acceptées.

Lorsqu'il y a fin de message écouteur, l'indexeur accuse réception : il va parler.

b) Lecture du déplacement (Tableau 4)

Les rôles sont inversés, le micro-ordinateur va écouter sagement.

Dans le protocole d'échanges d'informations entre le micro-ordinateur et l'unité de commande des déplacements, si celle-ci vient à dépasser les délais prescrits par les constructeurs de l'interface, une routine d'erreur sera signalée.

4. ACQUISITION DES DONNEES PVT

En fait, l'acquisition des données analogiques au moyen d'une centrale, correspond aux différentes grandeurs pression, déplacement, température. Le volume de l'échantillon est obtenu lors du traitement des données par l'unité centrale ($\Delta V = S|\Delta \ell|$).

A. Introduction

On distingue deux types de signal électrique :

TABLEAU 3

COMMENTAIRES (mise sous tension)	BUS DE DONNEES sorties 7	6	5	4	3	2	1	0	CONTROLE DE TRANSFERT entrée NRFD	sortie DAV	entrée NDAC	GESTION DE LA CARTE ATN	SRQ	EOI	IFC	REN
0. L'indexeur porte le n° 9, il joue le rôle d'un écouteur. Les signaux sont actifs à l'état de bas en tension : 1 → 0 volts, 0 → +5 volts	Les bits 0 à 4 spécifient l'adresse de l'indexeur ; les bits 5 et 6 indiquent l'état de l'appareil (écouteur ou parleur)								Sortie du processeur vers l'indexeur ; entrée (sens inverse)							
1. S'adresser à l'indexeur, ATN est bas (1er octet).	0	0	1	0	1	0	0	1	1	0	0	1	0	0	0	1
2. Les appareils IEEE à l'écoute, l'indexeur est prêt.	0	0	1	0	1	0	0	1	1	0	0	1	0	0	0	1
2 bis. Les données sont sur le bus.	0	0	1	0	1	0	0	1	1	1	0	1	0	0	0	1
3. Les appareils IEEE ne sont plus à l'écoute.	0	0	1	0	1	0	0	1	0	1	0	1	0	0	0	1
3 bis. Les données sont en cours de réception.	0	0	1	0	1	0	0	1	0	1	1	1	0	0	0	1
4. Les données ne sont plus valides.	0	0	1	0	1	0	0	1	0	0	1	1	0	0	0	1
5. Les données valides ont été acceptées	0	0	1	0	1	0	0	1	0	0	0	1	0	0	0	1
6. Fin d'adressage, ATN devient haut.	0	0	1	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1
7. Envoi des données (premier caractère, ex : I)	0	1	0	0	1	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	1
8. Répéter la séquence à partir de 2.	0	1	0	0	1	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	1
9. Envoi des données (2e caractère).	(Symbole ASCII du caractère)								Signaux de contrôle de transfert			0	0	0	0	1
10. Après le dernier caractère, envoyer instruction non écouteur (voir adressage).	0	0	1	1	1	1	1	1	1	0	0	1	0	0	0	1

TABLEAU 4

COMMENTAIRES	BUS DE DONNEES entrées 7	6	5	4	3	2	1	0	CONTROLE DE TRANSFERT entrée NRFD	sortie DAV	entrée NDAC	GESTION DE LA CARTE ATN	SRQ	EOI	IFC	REN
1. La réponse est disponible sur le bus de donnée (ex : C).	0	1	0	0	0	0	1	1	1	0	0	0	0	0	0	1
1 bis. Envoi du premier caractère..	0	1	0	0	0	0	1	1	1	0	0	0	0	0	0	1
2. Donnée valide, DAV bas.	0	1	0	0	0	0	1	1	1	1	0	0	0	0	0	1
2 bis. Donnée prise en compte.	0	1	0	0	0	0	1	1	0	1	0	0	0	0	0	1
3. Donnée en cours d'acceptation.	0	1	0	0	0	0	1	1	0	1	1	0	0	0	0	1
3 bis. Donnée acceptée.	0	1	0	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	1
4. Préparer l'envoi du deuxième caractère.	0	1	0	0	0	0	1	1	1	0	0	0	0	0	0	1
5. Répéter la séquence à partir de 1 bis.	2e caractère								1	0	0	0	0	0	0	1
6. EOI passe à 1 avec le dernier caractère transmis.	(Symbole ASCII avant dernier caractère								1	0	0	0	0	1	0	1
7. Répéter la séquence 1 bis à 3 bis pour la dernière fois.	(Symbole ASCII du dernier caractère)								Signaux de contrôle de transfert			0	0	1	0	1
8. Envoyer l'instruction non parleur.	0	1	0	1	1	1	1	1	1	0	0	1	0	0	0	1

- digital : un nombre fini de valeurs, ex : système binaire (0 et 1),

- analogique : une infinité de valeurs continues, ex : température d'un four.

Dans notre système de mesures, les grandeurs pression, déplacement et température sont représentées par des signaux analogiques, alors que le système à microprocesseur utilise le système binaire.

Il nous est impossible de dialoguer à travers le micro-ordinateur avec les différents appareils donnant ces grandeurs analogiques.

Evidemment, la première idée qui nous vient à l'esprit est de procéder à une conversion analogique-digitale par des circuits spécialisés à cet effet.

Cependant, un convertisseur A/D à lui seul, ne peut traiter et garder les variables mesurées ; il est important de réaliser un système complet d'acquisition de données comprenant :

- un multiplexeur analogique (accepte n signaux et ne délivre que l'un d'entre eux),

- un processus d'échantillonnage (la fréquence d'échantillonnage est dix fois plus rapide que la fréquence moyenne du signal) [23],

- un convertisseur A/D.

Le déplacement de chaque extrémité du soufflet, déterminé par la méthode "pas à pas" à l'aide de l'unité de commande des tables micrométriques correspond à une valeur numérique (digitale) ; elle est donc traitée directement par microprocesseur d'autant plus que l'appareil est interfacé en IEEE 488.

Mais, la lecture pour connaitre le sens et la valeur relative des déplacements donnés par l'appareil Schlumberger est représentée par une grandeur analogique ; il en est de même des grandeurs pression et température.

Pour pouvoir accéder à ces différentes grandeurs, nous devons utiliser une interface disposant de circuits pour amplification du signal analogique, de stabilisation de ce signal éliminant ainsi toute grandeur aberrante et d'un convertisseur en digital pour le traitement de cette grandeur par micro-ordinateur.

Cependant, ce signal (digital) n'est traité par microprocesseur que s'il peut y être acheminé.

B. Système d'acquisition des données

Notre système de mesures utilise une carte Eristel connectée en extension au micro-ordinateur (Figure 16).

La liaison au micro-ordinateur se fait à l'aide de deux cables en forme de nappe s'enfichant directement sur connecteurs 2 × 25 contacts.

La carte utilisée (CAN 12-1) à gain fixe est alimentée par une monotension (+5 volts/2,6 ampères).

Cette carte vue par le microprocesseur (6502) est une mémoire (4 K) adressable (interrupteurs) dont le résultat est lu et comparé.

La conversion A/D par approximations successives sur 12 bits s'effectue en 35 microsecondes.

Un circuit de la carte effectue le multiplexage de 16 entrées analogiques simples (0 à +5 volts) ou 8 entrées différentielles (-5 volts à +5 volts).

De plus, la centrale d'acquisition des données analogiques est munie d'un circuit échantillonneur-

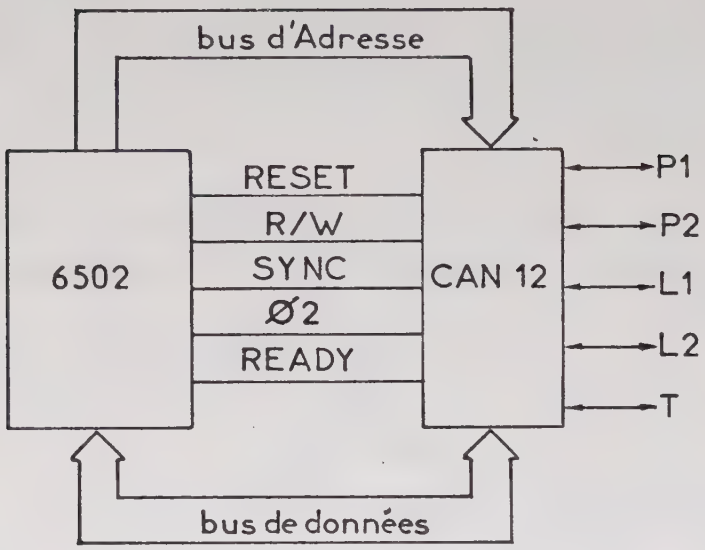


Figure16. Schéma de centrale d'acqisition de données

bloqueur (Sample Hold) qui sert à figer l'entrée pendant le temps de conversion. La centrale fait l'acquisition de données analogiques provenant simultanément de 5 sources - pression 1 et 2, température, "déplacement" 1 et 2.

Ces signaux sont appliqués sur cinq (5) entrées du connecteur utilisateur (en mode unipolaire) associées à leur masse respective. Afin de rejeter toute valeur ne correspondant pas à la grandeur exacte de la mesure (à cause des fluctuations, parasites, ...) il est intéressant d'agir sur le temps de délai séparant le moment où la conversion a été décidée et celui où la lecture va se faire.

A cet effet, un support est prévu sur la carte pour recevoir un condensateur pour augmenter le délai.

Plus le temps est court et plus le résultat arrive rapidement alors que la bonne valeur risque de ne pas être tout à fait stabilisée ; la précision maximum est obtenue en augmentant ce temps (Figure 17).

La lecture du résultat sur 12 bits se fait comme suit :

- les huit bits de poids faible sont déterminés par l'octet de l'adresse de base,

- le quartet faible de l'adresse de base + 1 constitue les quatre bits forts du résultat.

5. PERFORMANCES ACTUELLES DE L'APPAREIL

Parti d'une cellule de mesure reliée à un système générateur de pression manuelle, et à un dispositif de mesure des déplacements tout aussi manuel, nous y avons adapté un circuit haute pression piloté par un micro-ordinateur et réalisé un système de mesure des déplacements automatiques permettant une précision relative sur le volume de 0,15 % (Figure 18).

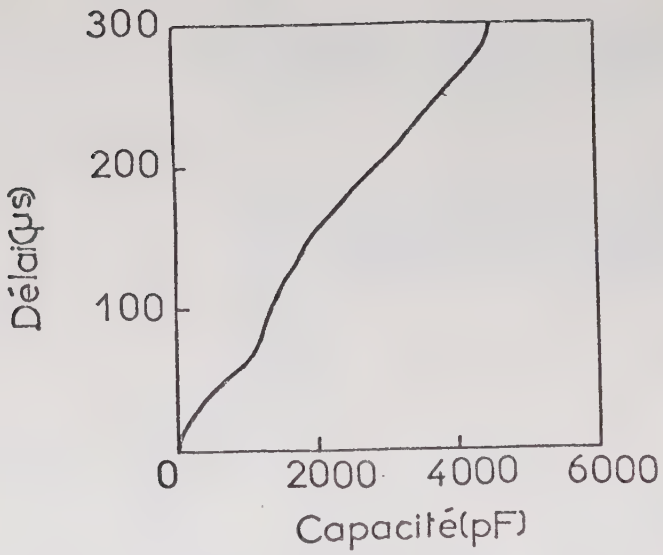


Figure 17.[24]

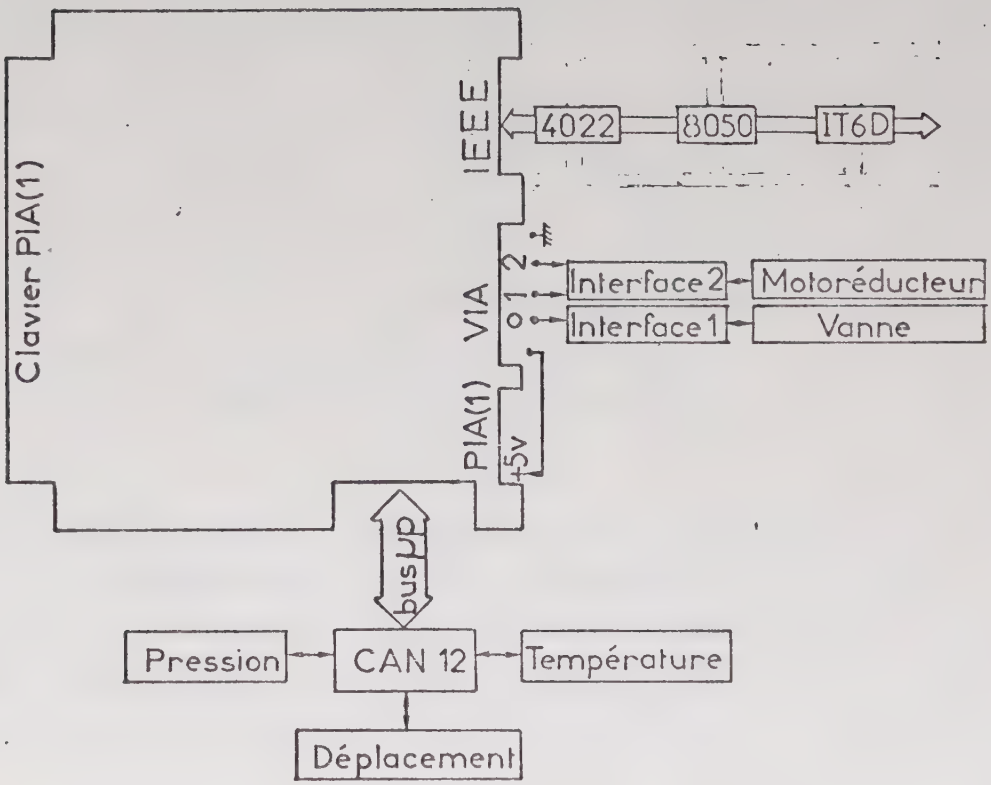


Figure 18. Organisation du système pordinateur-périphériques

Le logiciel pour la saisie et le traitement des données analogiques PVT n'est pas encore à jour.

Ceci étant, nous avons quand même pu dégager deux applications concrètes de l'appareil :

1) L'automatisation du circuit haute pression nous a permis la mise au point d'un prototype de pompe doseuse haute pression (4000 bars) commandée directement par le système à microprocesseur. Ce système fonctionne aussi bien en montée qu'en descente de pression.

Une demande d'aide à la recherche dans le cadre du développement des collaborations entre équipes de recherche et PMI, pour le perfectionnement de ce matériel tout à fait original a déjà trouvé répondeur (lettre de référence n° 171, émanant de la direction de la recherche du Ministère de l'Education Nationale, dont l'objet porte sur la réponse à l'appel d'offres "Recherche Universitaire - PMI").

2) L'emploi du système de mesure des déplacements automatiques peut s'avérer utile dans l'industrie ; il trouve déjà application dans les mesures spectroscopiques (Etude de l'absorption d'un fluide dans l'infra-rouge lointain, par variation d'épaisseur).

6. APPLICATIONS FUTURES DE L'APPAREIL

Bien entendu, l'utilisation première de cet appareil automatique se trouve dans la mesure des grandeurs thermodynamiques pression, volume, température pour des phases condensées de liquides, solides ou mélanges.

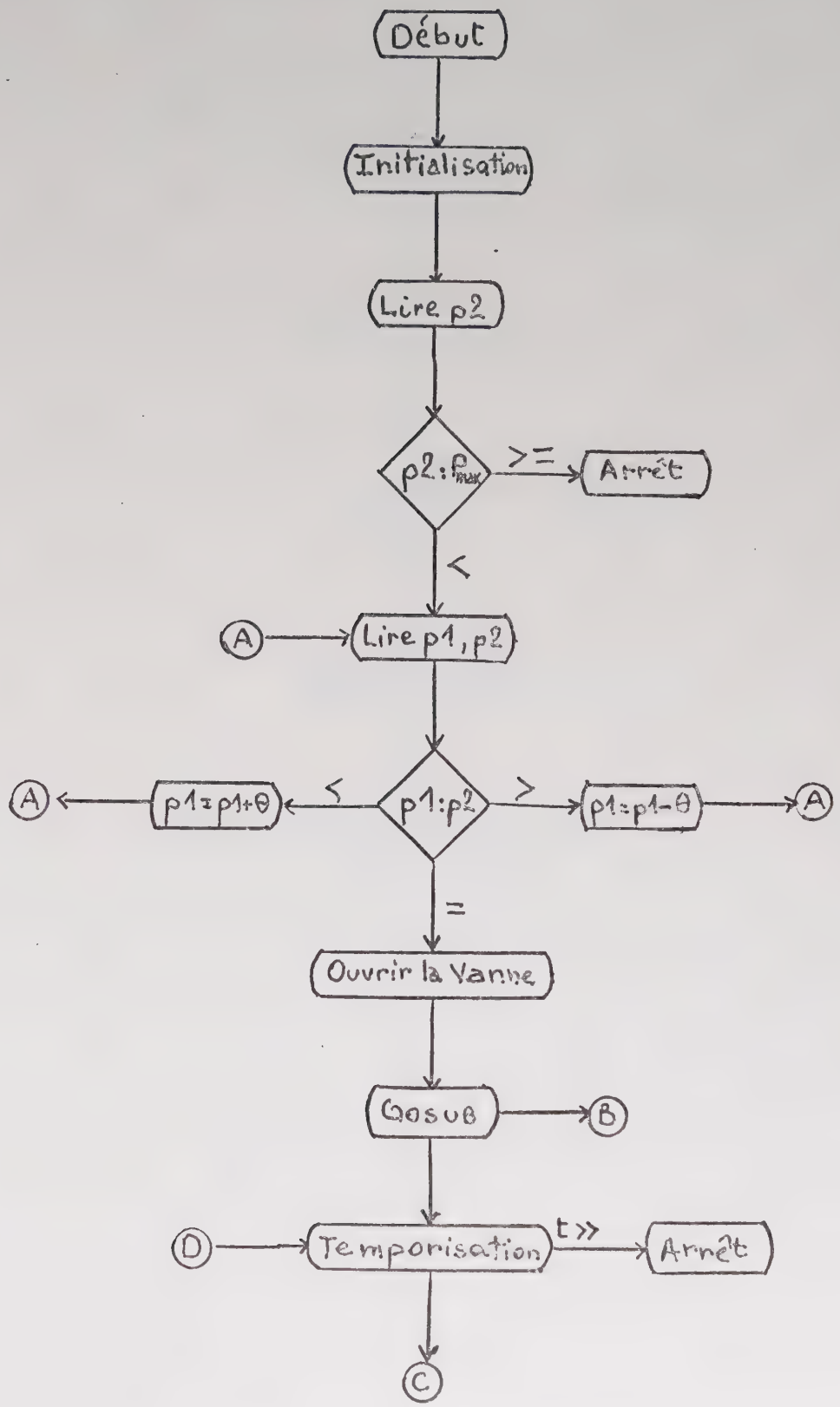
C'est pourquoi nous donnons l'organigramme pour le fonctionnement automatique de l'appareil, à partir du moment où la pression est engendrée pour l'obtention du premier point définissant le volume de l'échantillon, jusqu'à la pression maximale de la pompe (4000 bars) donnant lieu au dernier point de l'isotherme.

Dans cet organigramme, nous avons tenu à prévoir les différentes mesures de sécurité, au cas où une anomalie vient à se produire.

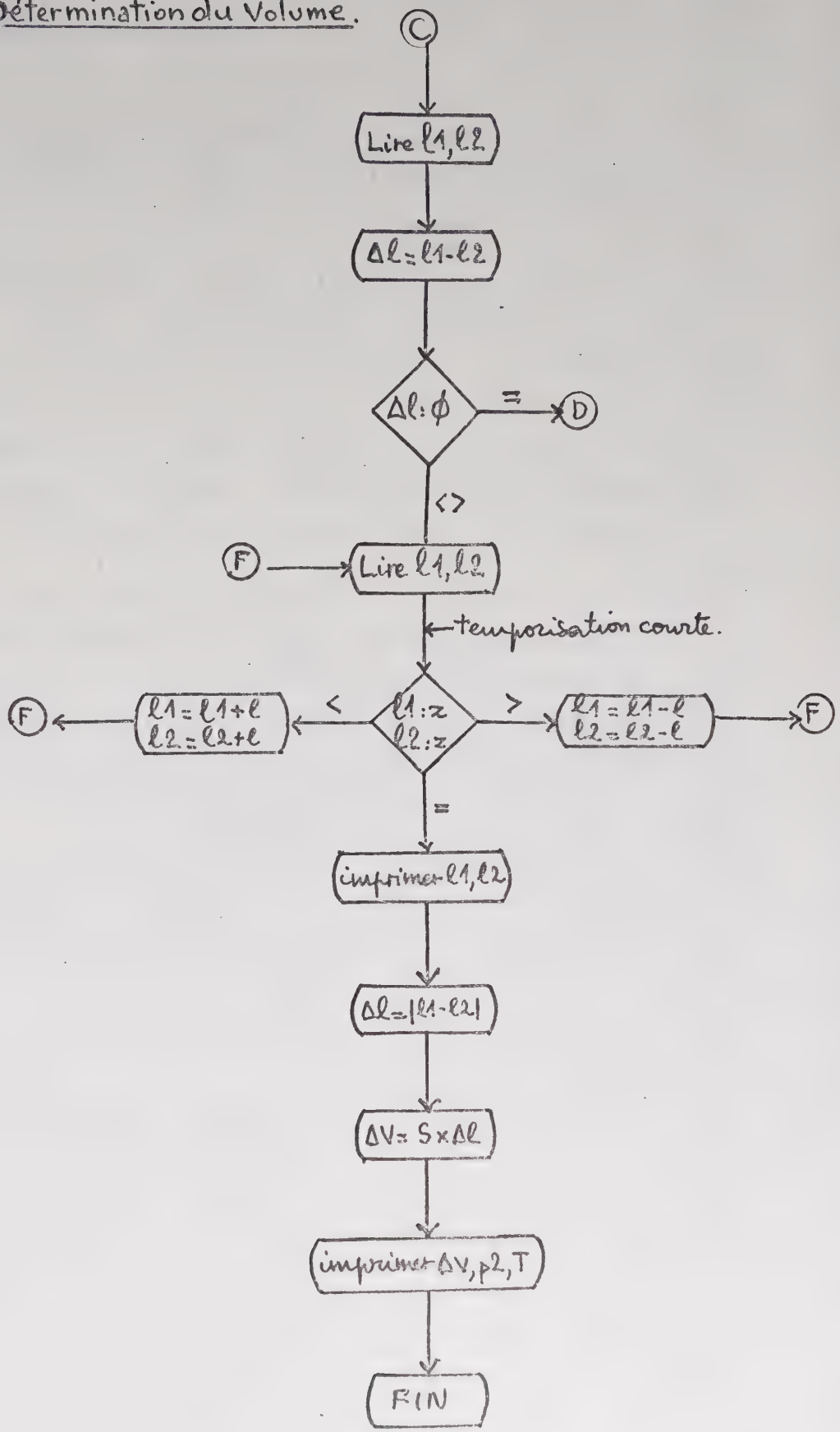
Dans l'algorithme, nous indiquons :

p_2 : pression en amont du soufflet
p_{max} : pression maximum de la pompe
p_1 : pression en aval du soufflet
θ : pas unitaire de la pression (fixé par l'utilisateur)
t : temps d'équilibre thermodynamique du système (fixé par l'utilisateur)
p : pas de pression entre deux mesures (fixé par l'utilisateur)
p_o : pression fixée par l'utilisateur
ℓ_1 : déplacement de l'extrémité en aval du soufflet pour atteindre le zéro électrique
ℓ_2 : déplacement de l'extrémité en amont du soufflet pour atteindre le zéro électrique
z : précision sur la lecture du déplacement analogique
ℓ : pas unitaire de déplacement (fixé par l'utilisateur)
S : section efficace du soufflet
T : température de l'échantillon
ΔV : variation du volume de l'échantillon.

1. Test De La Pression.



3. Détermination du Volume.



IV. RESUME ET CONCLUSIONS

L'équation d'état d'un système (grandeurs PVT) est une des relations physiques les plus fondamentales pour la connaissance du comportement du système étudié.

Pour les phases condensées (de liquides purs ou mélanges, solides cristallins ou amorphes, ...), les variations de volume avec la pression et la température sont relativement faibles, et exigent de ce fait une grande précision expérimentale dans un domaine de basses températures et de pressions élevées ; ceci explique probablement le manque de résultats expérimentaux dans la littérature.

Or, une bonne connaissance des grandeurs PVT d'un système est indispensable aussi bien pour l'ingénieur (récupération assistée du pétrole, par exemple) que pour le chercheur (test ultime des potentiels d'interactions interparticulaires ou corrélation avec d'autres grandeurs physiques mesurées par ailleurs).

Notre laboratoire a mis au point un appareil de haute précision permettant des mesures de densité de liquides et solides de 220 K à 500 K, et jusqu'à 400 MPa.

Cet appareil dont le principe est décrit dans la première partie de ce manuscrit, possède une sensibilité aux variations du volume de 10^{-6}, et une précision relative de 0,15 % sur ce volume.

Des résultats intéressants ont été obtenus aussi bien sur des liquides purs que dans le cas de solides plastiques moléculaires.

Ces expériences manuelles ont aussi permis de mettre en évidence les faiblesses de cet appareil original :

1. Les mesures sont longues et astreignantes ; elles sont peu valorisantes pour le chercheur qui, de ce fait, risque de ne pas mettre le temps nécessaire à l'obtention de l'équilibre thermodynamique et de perturber l'auto-cohérence des résultats.

2. La première version de l'appareil était peu protégée des variations des conditions extérieures de température ; ceci pouvait entrainer des erreurs considérables sur les résultats.

3. L'ensemble de la structure mécanique du système n'était pas compatible avec les mesures de déplacements de très haute précision (vibrations, ...).

Ainsi, notre travail a consisté en la reconstruction de cet appareil en corrigeant les défauts que nous avons constatés lors du fonctionnement manuel.

Les deux derniers points ont été résolus en montant l'ensemble de l'expérience sur une table optique anti-vibrations dans un local thermostaté, construit spécialement pour la circonstance.

La réponse au premier point nous a été suggérée par le professeur Guiochon ; cela consistait à automatiser complètement l'expérience : robotisation d'organes mécaniques, saisie et traitement des données automatiques.

C'est cet aspect du travail qui nous a le plus intéressé et qui fait l'objet de la deuxième partie de ce mémoire.

En effet, autant les techniques de saisie des données par micro-ordinateur sont actuellement en net développement, autant les techniques de robotisation et d'automatisation dans le domaine des hautes pressions sont quasiment inexistantes avant ce travail.

Ce développement que nous avons apporté aux techniques des hautes pressions est actuellement en cours de valorisation industrielle auprès de l'anvar et de la mission à

la recherche du Ministère.

Le système de mesure des grandeurs thermodynamiques PVT comporte autour de l'unité centrale de l'ordinateur neuf unités périphériques ; quatre d'entre elles sont "intelligentes", deux sont des écouteurs et fonctionnent à la réception d'un signal de l'unité centrale ; les trois derniers périphériques sont des "parleurs" et envoient en permanence des données analogiques en direction de l'unité centrale du micro-ordinateur.

En plus de la construction de certains de ces périphériques et de "l'interfaçage" des autres, le problème le plus difficile auquel nous nous sommes heurtés, fut la gestion par l'unité centrale d'un tel ensemble disparate d'appareils de nature différente.

Nous pensons avoir résolu cet aspect de la difficulté et nous proposons dans le manuscrit un logiciel opérationnel pour la commande du circuit haute pression et le système de mesure des déplacements.

La dernière étape est d'élaborer un logiciel complet qui lie entre eux les logiciels particuliers en une séquence opérationnelle unique.

Malheureusement, les obligations administratives font que ce travail doit être présenté alors que ce dernier point n'est pas encore achevé. Il va de soi que l'appareil sera rendu entièrement opérationnel d'une manière automatique dans l'avenir le plus immédiat.

En guise de conclusion, il nous semble important d'exprimer ce que nous attendons en fait comme bénéfice de l'automatisation d'un tel appareil PVT.

Certes, un gain de temps grâce à un fonctionnement continu de l'appareil ; mais, surtout la possibilité de s'assurer par une scrutation périodique des périphériques

de l'obtention de l'équilibre thermodynamique, donc une nette amélioration de la cohérence interne des résultats expérimentaux.

La statistique sur un grand nombre de mesures prises en chaque point d'équilibre permettra une meilleure définition d'équations d'état ou de potentiels interparticulaires.

L'ensemble de ces avantages accessibles uniquement sur un système entièrement informatisé, nous laisse prévoir une qualité de mesures des grandeurs PVT en phase condensée telle, qu'il soit en particulier possible de mesurer des volumes d'excès de mélange des fluides avec une précision meilleure que 0,5 %.

ANNEXE I

REGISTRE DE CONTROLE D'UN PIA [25]

Le format d'un registre de contrôle A (ou CRB) se présente :

b_7	b_6	b_5 b_4 b_3	b_2	b_1 b_0
$\overline{IRQA_1}$ (B_1)	$\overline{IRQA_2}$ (B_2)	Commande CA_2 (B_2)	Accès DDRA (B) ou ORA (B)	Contrôle CA_1 (B_1)

- le bit b_0 inhibe ("0") ou autorise ("1") les interruptions sur la ligne CA_1 (B_1),
- le bit b_1 fixe le choix d'une transition sur la ligne CA_1 (B_1): elle est active lorsque b_1 est à 1, inverse pour b_1 à 0,
- le bit b_2 adresse le registre de données (ORA ou ORB) à "1", ou le registre de sens de transfert des données (DDRA ou DDRB) à "0",
- les bits b_6 et b_7 suivent les lignes en entrée CA_2 (CB_2) et CA_1 (CB_1),
- le bit b_5 fixe en sortie ("1") ou en entrée ("0") la ligne CA_2 (CB_2).

CA_2 (CB_2) en sortie (b_5 à 1), on distingue trois modes de sortie :

1) le bit b_4 à "1" déclenche le mode set/reset, pour lequel CA_2 (CB_2) recopie l'état logique du bit b_3 (b_3 à "0", CA_2 (B_2) bas),
2) b_4 et b_3 à "0", on a le mode Handshaking ou "poignée de main",
3) b_4 à "0" et b_3 à "1", c'est le mode Pulsestrobe ou "synchrone".

ANNEXE 2.

TEST DE LA PRESSION

```
10 REM PROGRAMME DE PRESSION
20 SYS40960:AB=9*4096:A1=AB+1:P0=10:PMAX=2000:PRINT"■"
30 POKEAB,00:P=(PEEK(A1)AND15)*256+PEEK(AB):P2=INT(P*2.442+.5)
40 PRINTP;:PRINTTAB(15),P2,"BAR";
50 IFP2>=PMAXTHEN190
60 POKEAB,03:P=(PEEK(A1)AND15)*256+PEEK(AB):P1=INT(P*2.442+.5)
70 PRINTTAB(30),P1,"BAR"
80 IFP1=P2THEN140
90 IFP1>P2THEN120
100 SYS826
110 PRINT"■":GOTO60
120 SYS1062
130 PRINT"■":GOTO60
140 POKE59459,254:POKE59471,1
150 FORT=1TO3000:NEXT
160 GOSUB1000
170 FORT=1TO60000:NEXT
180 REM PASSER A LA MESURE DE DEPLACEMENT
190 PRINT"FIN DU CYCLE ISOTHERME"
200 END
1000 REM SP DE PRESSION
1010 POKE59459,253:POKE59471,3
1020 FORT=1TO12000:NEXT
1030 POKE59459,255:POKE59471,0
1040 PRINT"■"
1050 POKEAB,00:P=(PEEK(A1)AND15)*256+PEEK(AB):P2=INT(P*2.442+.5)
1060 PRINTP;:PRINTTAB(15),P2"BAR"
1070 POKEAB,03:P=(PEEK(A1)AND15)*256+PEEK(AB):P1=INT(P*2.442+.5)
1080 PRINTTAB(30),P;:PRINTTAB(45),P1"BAR"
1090 IFP1=P2THEN1110          "
1100 POKE59466,15:POKE59464,144:POKE59467,16:GOTO1100
1110 RETURN

READY.
```

DETENTE

```
6000 ;*********MOTEUR*********
6010 ;*  OSCILLATION DE T1    *
6020 ;*  SEQUENCEE PAR T2     *
6030 ;*  SUR LIGNES A1,A2     *
6040 ;************************
6050 ;
6060 ; VARIABLES
6070 ; ---------
6080 DEBPRG = $0426          ;DEBUT DU PROGRAMME
6090 AB     = $E840          ;ADRESSE DE BASE VIA
6100 T1     = 2000           ;PERIODE TIMER1
6110 T2     = 62500          ;DELAI TIMER2
6120 NT2    = 80             ;NB DE DELAIS T2
6130 ;
6140 ; PROGRAMME
6150 ; ---------
6160 ;
6170 * = DEBPRG
6180 ;
6190 DEBUT LDA #%11111001
6200 STA AB+$3
6210 ;
6220 PERIO LDA #<T1
6230 STA AB+$4
6240 LDA #>T1
6250 STA AB+$5
6260 ;
6270 DELAI LDX #NT2
6280 ;
6290 TEMPS LDA #<T2
6300 STA AB+$8
6310 LDA #>T2
6320 STA AB+$9
6330 ;
6340 TEST LDA AB+$D
6350 AND #%00100000
6360 BEQ TEST
6370 ;
6380 DEX
6390 BNE TEMPS
6400 ;
6410 INVER LDA AB+$3
6420 EOR #%00000110
6430 STA AB+$3
6440 ;
6450 RET RTS
READY.
```

COMPRESSION

```
5000 ;*********MOTEUR*********
5010 ;*  OSCILLATION DE T1    *
5020 ;*  SEQUENCEE PAR T2     *
5030 ;*  SUR LIGNE A1         *
5040 ;************************
5050 ;
5060 ; VARIABLES
5070 ; ---------
5080 DEBPRG = $033A          ;DEBUT DU PROGRAMME
5090 AB     = $E840          ;ADRESSE DE BASE VIA
5100 T1     = 2000           ;PERIODE TIMER1
5110 T2     = 62500          ;DELAI TIMER2
5120 NT2    = 80             ;NB DE DELAIS T2
5130 ;
5140 ; PROGRAMME
5150 ; ---------
5160 ;
5170 * = DEBPRG
5180 ;
5190 DEBUT LDA #%11111101
5200 STA AB+$3
5210 ;
5220 PERIO LDA #<T1
5230 STA AB+$4
5240 LDA #>T1
5250 STA AB+$5
5260 ;
5270 DELAI LDX #NT2
5280 ;
5290 TEMPS LDA #<T2
5300 STA AB+$8
5310 LDA #>T2
5320 STA AB+$9
5330 ;
5340 TEST LDA AB+$D
5350 AND #%00100000
5360 BEQ TEST
5370 ;
5380 DEX
5390 BNE TEMPS
5400 ;
5410 INVER LDA AB+$3
5420 EOR #%00000010
5430 STA AB+$3
5440 ;
5450 RET RTS

READY.
```

NEXE 3.

COMMANDE DES DEPLACEMENTS.

```
10 A=9:REM ADRESSE DE L'INDEXEUR
20 SYS40960:PRINT"■"
30 PRINT"■PROGRAMME DE COMMANDE DES DEPLACEMENTS"
40 PRINT:PRINT:PRINT
50 PRINT"L'INDEXEUR DOIT SE TROUVER A L'ADRESSE 9"
60 PRINT:PRINT:PRINT:PRINT"VERIFIEZ QUE L'INDEXEUR EST BIEN EN MODE DISTAN
70 FORT=1TO3000:NEXT
100 OPENA,A
110 GOSUB4000
120 PRINT"■"
130 PRINT"■ETAT DE L'INDEXEUR";"■",A$
140 PRINT
150 PRINT"■REMISE A 0 DES CV"
160 GOSUB2000:FORT=1TO3000:NEXT
170 PRINT"■"
180 PRINT"■DEPLACEMENT DE 100 SUR LES DEUX AXES":PRINT
190 PRINT#A,"I1=+100"+CHR$(10)
200 PRINT#A,"I2=+100"+CHR$(10)
210 FORJ=1TO2:FORI=1TO10
220 GOSUB3000
230 GOSUB4000
240 GOSUB5000
250 PRINTB$:PRINT
260 NEXT
270 IFJ=2THEN300
280 FORT=1TO1000:NEXT:PRINT"■":PRINT"■RAZ DES CV":PRINT
290 GOSUB2000:GOSUB5000:GOTO330
300 PRINT:PRINT"■RETOUR A L'ORIGINE"
310 GOSUB1000
320 GOSUB4000
330 NEXT
340 GOTO170
1000 REM SP DE RETOUR A L'ORIGINE
1010 PRINT#A,"IIO"+CHR$(10)
1020 RETURN
2000 REM SP DE REMISE A 0 DES CV
2010 PRINT#A,"CCO"+CHR$(10)
2015 FORG=1TO400:NEXT
2020 RETURN
3000 REM SP DE DEPLACEMENT DE L'INDEXEUR
3010 PRINT#A,"II!"+CHR$(10)
3020 RETURN
4000 REM SP DE TEST D'ARRET DE L'INDEXEUR
4010 PRINT#A,"II?"+CHR$(10)
4020 INPUT#A,A$:IFST<64ANDST>67THEN4020
4030 IFA$<>"AR1 AR2 /"THEN4010
4040 RETURN
5000 REM SP DE LECTURE DES CV
5010 PRINT#A,"CC?"+CHR$(10)
5020 INPUT#A,B$:IFST<64ANDST>67THEN5020
5030 RETURN

READY.
```

LEXIQUE

Micro-ordinateur	: système à langage évolué (Basic, Pascal,...).
Ordinateur	: machine effectuant le traitement automatique, sans qu'elle ne soit spécialisée, mais programmable.
IEEE 488	: norme n° 488 de l'Institute Electrical and Electronical Engineering.
Hardware	: (matériel) ensemble de composants et équipement.
Software	: (logiciel) désigne l'ensemble des programmes qui permettent au système d'effectuer un travail de gestion.
Microprocesseur	: (MPU MicroProcessing Unit) processeur intégré utilisant un langage machine.
LSI	: (Large Scale Integration) intégration à large échelle.
CPU	: (Central Processing Unit) unité centrale.
Interface	: lieu où deux sous-systèmes d'une même unité informatique interagissent.
Basic	: (Beginners All purpose Symbolic Instruction Code) codage symbolique des instructions d'applications à l'usage des débutants.
Bit	: (BInary digiT) chiffre du système binaire (0 ou 1).
Mémoire	: circuit électronique qui permet d'enregistrer des mots binaires sous forme permanente (ROM) ou temporaire (RAM).
1 K	: unité de taille de mémoire (1 K = 2^{10} = 1024).
Octet	: (byte) groupe de 8 bits ; permet de coder un nombre inférieur à 256, un caractère ou une instruction.
Chip	: (pastille, puce) rectangle de silicium sur lequel est réalisé un circuit intégré (I.C).
Moniteur	: programme nécessaire pour utiliser les ressources hardware du système, surveille les organes entrées-sorties.

Processeur	:	ensemble de circuits de travail de l'ordinateur, par opposition aux circuits entrées-sorties et mémoires.
Port	:	ensemble de huit lignes d'entrées-sorties.
Registre	:	mémoire linéaire à accès parallèle.
Baud	:	nombre de bits par seconde.
TTL	:	Transistor Transistor Logic.
ASCII	:	American Standard Code for Information Interchange.

BIBLIOGRAPHIE

[1] G. TAMMAN, "Kristallisieren und Schmelzen", Université de Leipzig (1903).

[2] P.W. GRIDGMAN, "The Physics of high pressure", G. Bell and Sons (1931).

[3] J. TIMMERMANS, J. Phys. Chem. Solids, 18, 1 (1961).

[4] A.H. FUCHS, M. GHELFENSTEIN, H. SZWARC, "High pressure and Technology", Pergamon Press, Oxford and New York (1980).

[5] A.H. FUCHS, Thèse 3ème Cycle, Université Paris-Sud (1978).

[6] A.H. FUCHS, Communication privée (1979).

[7] P. FIGUIERE, Thèse d'Etat, Université Paris-Sud (1981).

[8] H. SZWARC, J. Chim. Phys., 68, 126 (1971).

[9] G.S. KELL, E. WHALLEY, Phil. Trans. Roy. Soc., A258, 565 (1965).

[10] W.G. SCAIFE, G.G.R. LYONS, J. KVIJ et S. RUTTLE, J. Physic E, Scientific Instruments, 10, 874 (1977).

[11] K. KISHIMOTO, H. SUGA, S. SEKI, Bul. Chem. Soc. Japan, 51 (6), 1961 (1978).

[12] BEILSTEIN, 4.Auflage Drittes Ergänzungs-werk, 1 (3), 165.

[13] P. FIGUIERE, High Temp., High pressure, 7, 395 (1975).

[14] D. ANDRE, P. FIGUIERE, R. FOURME, M. GHELFENSTEIN, D. LABARRE, H. SZWARC, à paraître dans J. Phys. Chem. Solids.

[15] P. PRUZAN, Thèse d'Etat, Université Paris VI (1976).

[16] P. PRUZAN, Communication privée (1982).

[17] F.E. SIMON and G. GLATZEL, Z. Anorg. Allg. Chem., 178, 309 (1929).

[18] K.F. HERSFELD et M. GOEPPERT-MAYER, Phys. Rev., 46, 995 (1934).

[19] M. GHELFENSTEIN, Thèse d'Etat, Université Paris-Sud (1973).

[20] P. FIGUIERE, M. GHELFENSTEIN, H. SZWARC, Thermo. des hautes pressions, Montpellier (1975).

[21] Manuel d'utilisation du CBM 8001 Procep (1982).

[22] L'ordinateur individuel, n° 35 (1982).

[23] R. SAKS, A. LESEA, Techniques d'interfaces aux micro. (1981).

[24] Sysmod-Eristel. Procep Industrie (1982).

[25] Micro-systèmes, "Entrées-srotiès", Prg. d'un micro (1980).